Leistungssteigerung von Füllkörpersäulen durch neue Wandformen

DISSERTATION

zur Erlangung der Doktorwürde
der Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät
der Hansischen Universität Hamburg

vorgelegt von

OTTO HERMANN STÜRMANN
aus Bremen

Hamburg 1937

Genehmigt von der Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät
der Hansischen Universität
auf Antrag von Professor *Dr. H. H. Schlubach*

Hamburg, den 20. Juni 1936.

Prof. *Dr. Klatt.*
Dekan.

R. UNIV.
BIBLIOTHEEK
LEIDEN

DRUCK: A. PREILIPPER, WERKE UND DISSERTATIONEN / HAMBURG 11

Vorliegende Arbeit wurde in der Abteilung für technische Chemie des Chemischen Staatsinstituts an der Hansischen Universität unter der Leitung von Professor *Dr. E. Jantzen* durchgeführt.

Meinem verehrten Lehrer, Herrn Professor *Jantzen,* danke ich aufrichtig für die wertvollen Anregungen, für die nie erlahmende Anteilnahme und für die stete Förderung, welche er mir während der Anfertigung dieser Arbeit erwiesen hat.

Hamburg, im Mai 1936.

Otto H. Stürmann.

Inhalt

Eigenschaften von Füllkörpersäulen 7

Destillationsversuche 13

Versuche mit Säulen von 8 cm Durchmesser 13

Vorrichtung 13
Verfahren 16
Zusammenstellung der Versuche 22

Versuche mit Säulen von 4 cm Durchmesser 23
Vorrichtung und Verfahren 23
Zusammenstellung der Versuche 24

Versuche mit Säulen von 16 cm Durchmesser 25
Vorrichtung und Verfahren 25
Zusammenstellung der Versuche 28

Ergebnisse der Versuche 29
Einfluß der Dampfgeschwindigkeit 29
Einfluß der Füllkörper 31
Einfluß der Säulenbauart 32

Rieselversuche 34

Versuche mit Säulen von 8 cm Durchmesser 34
Vorrichtung und Verfahren 34
Versuchsergebnisse 37

Versuche mit Säulen von 16 cm Durchmesser 40
Vorrichtung und Verfahren 40
Versuchsergebnisse 41

Einfluß der Weite 44

Zusammenfassung 46

Schrifttum 49

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41548104_0070

Eigenschaften von Füllkörpersäulen.

Der folgenden Arbeit liegt der Gedanke zugrunde, die Leistung von Füllkörpersäulen, insbesondere solcher von großem Durchmesser, durch neue Formen der Wand zu steigern. Im Laboratorium werden zum Trennen von Stoffgemischen durch Destillation schon lange Füllkörpersäulen verwendet. Ihre Wirkung ist, wenn sie genügend lang sind, sehr gut und sogar denen der besten technischen Säulen überlegen. Dagegen haben sie in den Fabrikbetrieben verhältnismäßig weniger Anwendung gefunden. Die weitaus häufigste technische Form ist vielmehr die der Bodensäule geblieben. Sie verdankt ihre bevorzugte Stellung zum Teil dem zeitlichen Vorsprung. Die Anfänge ihrer Entwicklung liegen bereits in der Mitte des vorigen Jahrhunderts. Im Jahre 1893 zeigte *Sorel* [1] in mathematischer Form ihren Arbeitsgrundsatz, der kurz darin besteht, daß emporsteigender Dampf durch zurückfließendes, leichtsiedendes Kondensat arm gewaschen wird an Hochsiedendem. Um diese Zeit kamen auch bereits hochentwickelte Formen in Gebrauch. Die Füllkörpersäulen dagegen erschienen erst ein Vierteljahrhundert später. Da die Bodensäulen in den meisten Fällen ihre Aufgaben befriedigend erfüllten, und da die Lebensdauer von Destilliersäulen groß ist, drangen die neuen Säulen nur langsam vor. Außerdem aber blieben die Meinungen über den Wert der Füllkörpersäulen geteilt.

Zweifellos haben beide Säulen bestimmte Vorzüge und Nachteile. Der Bodensäule rühmt man einen gleichmäßigeren Gang bei Schwankungen im Wärme-Umsatz nach. Der Grund hierfür liegt in der großen Flüssigkeitsmenge, die eine Bodensäule im Betrieb enthält. Die große Menge mindert aber andererseits beim absatzweisen Betrieb die Wirkung. Die folgende Überlegung zeigt den Zusammenhang. Eine Säule möge unter bestimmten Bedingungen das Leichtsiedende von einem bestimmten Gehalt in der Blase auf einen bestimmten Gehalt im oberen Säulenende anreichern. Die Flüssigkeit in der Säule ist dabei reicher an Leichtsiedendem als die Flüssigkeit in der Blase. Wenn nun ein zweiter Apparat sich lediglich dadurch von dem ersten unterscheidet, daß die Säule mehr Flüssiges in sich aufnimmt, so enthält diese auch mehr Leichtsiedendes, an dem die Blase entsprechend verarmt ist. Wegen der geringeren Blasenkonzentration ist dann aber auch der Gehalt an der Säulenspitze schlechter. Diese Überlegung wird dadurch bestätigt, daß die Füllkörpersäule, die weniger Flüssigkeit enthält als die Bodensäule, im absatzweisen Betrieb weniger Vor- und Zwischenläufe gibt. Außerdem erlaubt sie aus dem gleichen Grunde, den Inhalt der Apparatur weiter abzutreiben. Im ganzen wird also bei der Bodensäule der Vorteil des gleichmäßigen Laufes erkauft durch eine Leistungsverminderung, sofern sie absatzweise arbeitet. Die Verhältnisse

werden um so schlechter, je mehr mit wachsender Säulenhöhe der Flüssigkeitsinhalt der Säule größer wird. Wenn man bei der Füllkörpersäule den gleichmäßigen Lauf durch die heute vorhandenen guten Regler sichert, schwindet ihr Nachteil höherer Empfindlichkeit gegen Schwankungen im Wärme-Umsatz.

Der Dampf in der Blase muß einen Überdruck haben, um durch die Flüssigkeitsschichten in einer Bodensäule strömen zu können. Der Überdruck wird noch dadurch gesteigert, daß die notwendigen Verengungen des Dampfweges einen Druckverlust mit sich bringen. In der Füllkörpersäule dagegen ist der Überdruck in der Blase nur bedingt durch den Strömungswiderstand des Dampfes in den Kanälen der Säule. Nach *Thormann* [2] ist der Überdruck einer Füllkörpersäule 25 bis 50% einer gleichhohen Bodensäule. Nach *Raschig* [3] betrug er in einem gemessenen Fall 27 bis 40%. Diese Angaben können allerdings nur als richtungweisend gelten, denn die Abhängigkeit des Überdrucks von der Dampfgeschwindigkeit ist in den beiden Säulenarten insofern verschieden, als bei der Bodensäule schon bei der geringsten Dampfgeschwindigkeit der volle statische Druck zu überwinden ist, während bei der Füllkörpersäule der Überdruck von Null an steigt. Bei der Destillation unter Atmosphärendruck stört das höhere Druckgefälle in der Bodensäule nicht wesentlich. Will man dagegen zersetzliche Stoffe unter Minderdruck destillieren, so kann ein hoher Überdruck dadurch schädlich werden, daß er die Blasentemperatur bis zur beginnenden Zersetzung der Stoffe steigert. Es ist auch dann wünschenswert, einen hohen Überdruck in der Blase und damit eine hohe Siedetemperatur zu vermeiden, wenn die Heizdampftemperatur des Betriebes niedrig ist.

Die einfache Gestalt der Füllkörpersäulen gibt große Freiheit in der Wahl des Baustoffes. Auch keramisches Material kann man wenigstens für die Füllkörper sehr gut verwenden. Das ist namentlich für solche Destillationsgüter wichtig, die Metalle angreifen, zumal die große Oberfläche der Füllkörper die Korrosion begünstigt.

In der Füllkörpersäule bleibt nach beendeter Destillation verschwindend wenig Flüssigkeit, während in der Bodensäule eine durch Säulenquerschnitt und Höhe der Überlaufstutzen bestimmte, sehr viel größere Flüssigkeitsmenge zurückbleibt. Dies ist beim absatzweisen Betrieb sehr nachteilig und ganz besonders dann, wenn das Destillationsgut gewechselt wird.

Über das Preisverhältnis von Bodensäulen zu Füllkörpersäulen finden sich im Schrifttum die Angaben von *Peters* [4]. Er vergleicht im Jahre 1920 eine gußeiserne Säule von 61 cm Durchmesser und 20 praktischen Glockenböden mit einer gleichwirksamen ringgefüllten Säule von 45 cm Durchmesser und findet, daß die erste ungefähr 1000 $, die zweite ungefähr 365 $ kosten würde. In einem zweiten Beispiel schätzt er das Kostenverhältnis einer Siebplattensäule zu einer gleichweiten Füllkörpersäule wie 1350 $ zu 1200 $, wobei er betont, daß wohl in diesem Vergleich nur ein geringer Preisunterschied zu finden wäre, dafür aber die Füllkörpersäule eine größere Lebensdauer aufweisen würde. Im ganzen ist er der Meinung, daß eine Füllkörpersäule billiger als eine Bodensäule ist. Auch *Fenske*, *Tongberg* und *Quiggle* [5] halten eine Füllkörpersäule für billiger als eine Bodensäule besonders bei geringeren Säulendurchmessern. Für die heutigen Verhältnisse darf man annehmen, daß bei Säulen mittleren Durchmessers der Preis für eine Füllkörpersäule in der Größenordnung die Hälfte von dem einer in Leistung und Lebensdauer gleichwertigen Bodensäule beträgt.

Die notwendigen Abmessungen von Bodensäulen sind sehr gut bekannt. Dagegen liegen wenig entsprechende Angaben für Füllkörpersäulen technischer Ausmaße vor. Folgende Vergleiche sind im Schrifttum enthalten:

Tafel 1.

Autor	*Raschig* [3]		*Peters* [4]	
Säule Einbau Füllung	Siebkolonne mit 40 Böden	Füllkörper- säule mit Raschigringen	Bodensäule mit 20 Kappenböden	Füllkörpersäule mit Hohlzylindern 6 mm ∅
Höhe Weite	7 m 0,9 m	7 m 0,6 m	ca. 3,3 m ca. 0,6 m	ca. 1,7 m ca. 0,45 m
Wirkung	50 auf 95%igen Alkohol		14 theoretische Böden für Alkohol / Wasser	

Zu den Angaben in der Tafel ist zu bemerken: *Raschig* fand, daß seine Füllkörpersäule viel kleinere Vor- und Zwischenläufe als seine Bodensäule und um zwei Drittel mehr Erzeugnis in der gleichen Zeit lieferte als diese. Danach wäre also die Füllkörpersäule der Bodensäule bei gleicher Höhe überlegen. *Raschig* rät aber von allzu weiten Füllkörpersäulen ab, weil die Fraktionierung in engen besser sei. *Von Rechenberg* [6] meint hierzu, daß der Grund die ungleichmäßige Verteilung des Dampfes wäre. *Peters'* Vergleich stammt aus der schon erwähnten Preisberechnung für zwei zu bauende Säulen. Nach ihm ist eine wesentlich kleinere Füllkörpersäule einer Bodensäule leistungsgleich, wobei jedoch nicht übersehen werden darf, daß seine Unterlagen für die Berechnungen an beträchtlich engeren und nicht wärmeisolierten Säulen mit verhältnismäßig kleinen Füllkörpern gewonnen wurden. Aus seinen Tabellen und Abbildungen für diese ausgemessenen Versuchssäulen kann man Daten entnehmen, die mit denen anderer Autoren in folgender Tafel zusammengestellt sind:

Tafel 2.

Autor	Maße der Säule in m (ca.)		Füllkörper	Höhe eines theor. Bodens in m (ca.)
	Höhe	Weite		
Peters [4]	1,3	0,043	6 mm Hohlzylinder	0,10
Jantzen [7]	1,0	0,035	10,6 mm Glasringe	0,15
Weimann [8]	2,2	0,11	8,8 mm Porzellan-	0,18
Weimann [8]	2,13	0,30	ringe nach *Raschig*	0,25
Fenske	0,72	0,019		0,056
Tongberg	0,72	0,053	Doppelkreuz	0,113
Quiggle [5]	1,41	0,019	aus Draht	0,071
	1,41	0,053		0,094
	0,85	0,019		0,165
	0,85	0,053	einfach gegliederte	0,150
	1,78	0,019	Eisenkette	0,104
	1,78	0,053		0,182
	0,72	0,019	u-förmige Draht-	0,044
	0,72	0,053	haken	0,127

Peters, Jantzen und *Weimann* prüften ihre Säulen mit Alkohol/Wasser-Gemischen, wobei *Jantzens* Werte aus 28 Versuchen gemittelt sind, und *Weimanns* Ergebnisse Zusammenfassungen aus mehreren Versuchsreihen darstellen. *Fenske, Tongberg* und *Quiggle* prüften ihre Säulen mit Tetrachlorkohlenstoff/Benzol-Gemischen. Ihre Werte lassen sich darum nur untereinander vergleichen.

Rechnet man, daß man je Meter Höhe einer Bodensäule sechs Böden einbauen kann, die an Wirkung fünf theoretischen entsprechen mögen, so ergibt sich, daß nach allen oben angeführten Versuchen in Säulen mit kleinerem Durchmesser als 0,1 m die Füllkörpersäulen kürzer gebaut werden können als entsprechende Bodensäulen. Ferner zeigt sich in der Tafel 2, daß mit zunehmender Säulenweite die Füllkörperhöhen, die einem theoretischen Boden entsprechen, wachsen. So geht nach der Zusammenfassung der *Weimann*schen Versuche bei einem Anstieg der Weite von 0,11 auf 0,3 m die Wirkung um 29% zurück. Nach den Versuchen der amerikanischen Autoren beträgt die Abnahme bei einem Übergang von 0,019 auf 0,053 m Weite in den kurzen Säulen 50 bzw. 65% und in den langen Säulen 25 bzw. 43%. Nur die Versuche in den 0,85 m hohen Säulen machen eine Ausnahme durch einen leichten Anstieg der Säulenwirkung mit dem Durchmesser. Im ganzen zeigen diese Versuchsreihen in Übereinstimmung mit den technischen Erfahrungen, daß weite Füllkörpersäulen den engen bei gleicher Höhe wesentlich an Wirkung unterlegen sind. Daraus ergibt sich die Fragestellung: Warum übt die weite Füllkörpersäule einen nachteiligen Einfluß aus, und wie beseitigt man diesen?

Der Grund für die Abnahme der Wirkung einer Füllkörpersäule mit zunehmender Weite kann nur in der ungleichmäßigeren Verteilung der austauschenden Phasen liegen. Daß der Dampf sich ungleichmäßig verteilt, ist unwahrscheinlich. Wohl sucht er sich die Bahnen des geringsten Widerstandes. Bei einer regellosen Schüttung gleichgroßer und gleichartiger Füllkörper sind diese Bahnen wohl hinreichend gleich über den ganzen Querschnitt verteilt. Es ist nicht im geringsten einzusehen, warum — wie von mancher Seite behauptet wird — in einer weiten Säule verhältnismäßig mehr bevorzugte Kanäle vorhanden sein sollen als in einer engen. Eher müßte man das Gegenteil annehmen. Die ungleichmäßige Berührung der Phasen wird also wohl durch den Rücklauf verursacht. Für den Rücklauf liegen die Verhältnisse in einer engen Säule deshalb günstiger, weil seine laufende Durchmischung durch den geringen Durchmesser begünstigt wird.

Thormann [2] nimmt an, daß sich eine Flüssigkeit, die oben mitten in eine Füllkörpersäule tritt, im Herabströmen angenähert nach der *Gauss*schen Glockenkurve verteilt, daß also die Wand allmählich zuviel Flüssigkeit bekommt. Er empfiehlt als Abhilfe, waagerechte Siebböden in Abständen einzulegen, um so die Flüssigkeit wieder aufs neue zu verteilen. *Kirschbaum* [9] und *Weimann* [8] haben durch eingehende Messungen nachgewiesen, daß in der Wandzone tatsächlich verhältnismäßig viel mehr Flüssigkeit herabfließt als in der Säulenmitte. Sie sehen die Ursache darin, daß die Füllkörper an der Wand anders gelagert sind als in der Säulenmitte. Die Wand richtet nämlich, wie sie zeigten, die Füllringe so aus, daß diese ganz überwiegend senkrecht oder parallel zu ihr liegen. In der Säulenmitte sind dagegen die Körper regellos gelagert. Die gerichtete Schicht an der Wand soll nun die Eigenschaft haben, die Flüssigkeit mehr nach außen als nach innen zu leiten.

Sie empfehlen, trichterförmige Siebböden in Abständen in die Säule einzubauen, um die Flüssigkeit wieder in das Innere der Säule zu leiten.

Ich sehe die Ursache für den Abfluß nach der Wand etwas anders. Die Ausrichtung der Ringe durch die Wand scheint mir nicht das Entscheidende zu sein. Das Wesentliche ist, daß der glatte Weg an der Wand für die Flüssigkeit bei weitem der bequemste ist. Selbst wenn die Füllkörper an der Wand ebenso regellos gelagert wären wie in der Säulenmitte, würde die Wand einen unverhältnismäßig großen Teil der Flüssigkeit leiten, weil der Weg an ihr den geringsten Widerstand bietet.

Wenn man nun die Wand so ausbildet, daß die Flüssigkeit an ihr einen ebenso großen Widerstand findet wie auf dem Weg in den Füllkörpern, so ist zu erwarten, daß sich die Flüssigkeit gleichmäßig auf Füllkörper und Wand verteilt. Wenn man zum Beispiel als Füllkörper Kugeln in dichtester Packung wählt, dann müßte man die Wand so ausgestalten, daß sie in ihren Teilen der Oberfläche eines Kugelhaufens gleicht. Sie würde so die Form eines regelmäßig eingebeulten Zylindermantels erhalten, wie es in Abbildung 1/[1] dargestellt ist. Indessen würde es mechanisch nicht ganz einfach sein, eine solche Wand herzustellen, auch sind Kugeln als Füllkörper nicht besonders geeignet.

Kugeln geben wenig freien Säulenquerschnitt, haben im Verhältnis zu ihrer Oberfläche die größte Masse von allen Körpern und üben so durch die Materialaufhäufung bei großen Säulenabmessungen einen unerwünscht hohen Druck auf die Unterlage aus. Man verwendet daher Kugeln wohl nur dort, wo infolge der besonderen Eigenschaften des Destilliergutes eine Verkrustung eintritt, wie zum Beispiel bei manchen ätherischen Ölen. Verschmutzte Kugeln sind dann leichter zu reinigen als alle anderen Körper.

Verwendet man Ringe, so wird es noch schwieriger, eine entsprechend ausgebildete Wand zu schaffen. Es stehen jedoch Wandformen zur Verfügung, die als eine Annäherung an die Idealform betrachtet werden können. Metallschläuche, wie sie für elastische Druckleitungen benutzt werden, zeigen im Schnitt wellenähnliche Begrenzungslinien vergleichbar denen des Schnittes durch den Mantel der oben entworfenen Kugelsäule. Allerdings werden solche Schläuche in größeren Längen wegen leichterer Herstellung mit spiralig verlaufenden Furchen geliefert, wie es Abbildung 1/[2] zeigt.

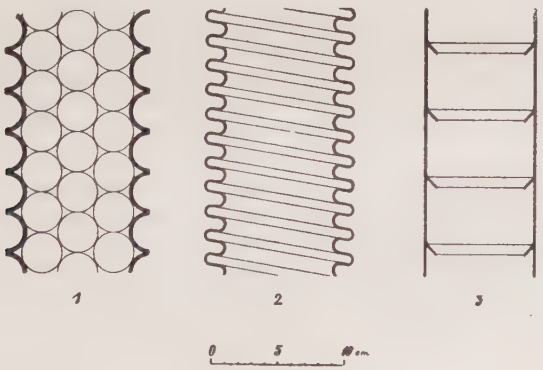

Abbildung 1.
Schnitt durch die Wand: 1. einer Kugelsäule, 2. einer Wellensäule, 3. einer Rippensäule.

Bei der Verwendung von isodiametrischen Ringen nach *Raschig* ist eine wellenförmig gegliederte Wand vielleicht auch deshalb vorteilhafter, weil an ihr die Ringe regelloser gelagert sind als an einer glatten. Dadurch wird die Lagerung der Ringe in der Wandzone der in der Säulenmitte ähnlicher.

Man kann auch einen anderen Weg gehen, um die Ableitung der Flüssigkeit an die Wand zu verhindern. Er besteht darin, daß man an der Wand in Abständen schmale Rippen anbringt, welche die Flüssigkeit in die Füllkörper zurückzwingen. Breite und Abstände der Rippen müßte man aufeinander so abstimmen, daß die Wandzone weder zu viel noch zu wenig Flüssigkeit erhält. Als Breite wird man zweckmäßig etwa einen halben Füllkörperdurchmesser wählen. Die Abstände wird man so bemessen, daß die Wand nicht im ganzen Abstand zweier Rippen vom Flüssigkeitsstrom ausgeschaltet wird, sondern durchschnittlich den ihrer Oberfläche entsprechenden Anteil des Flüssigkeitsstromes erhält.

Es läßt sich zum Beispiel errechnen, daß in einer mit 10 mm großen Ringen gefüllten Säule von 8,2 cm Durchmesser die innere Fläche der Wand ungefähr 9% der gesamten Oberfläche beträgt. Bei einer über den ganzen Querschnitt gleichen Berieselung müßte also an der Wand etwa 9% der gesamten Flüssigkeitsmenge herunterfließen.

Die Säule hat einen Querschnitt von 52,81 cm^2. Ein betrachtetes Säulenstück von 1 cm Höhe hat das Volumen von 52,81 cm^3. Durch Ausmessen und Auszählen wurde festgestellt, daß ein Porzellanring-Füllkörper von den Maßen: Außendurchmesser 1,025 cm; Innendurchmesser 0,745 cm; Höhe 1,10 cm (Durchschnitt von 10 Ringen) bei regelloser Schüttung einen Raum von 1,4 cm^3 einnimmt. In dem betrachteten Säulenstück befinden sich dann 37,7 Ringe, deren Gesamtoberfläche $37{,}7 \times 6{,}9$ cm^2 beträgt. Der Säulenmantel hat eine innere Oberfläche von 26 cm^2. Die gleichmäßig zu berieselnde Oberfläche des mit Füllkörpern gefüllten Säulenstücks beträgt dann 286 cm^2, wovon auf die Wand 9,1% entfällt.

Der Schnitt durch eine „Rippensäule" von 8 cm Durchmesser und einem Rippenabstand von 5 cm ist in Abbildung 1/[3] dargestellt.

In der folgenden Arbeit wurde nun experimentell geprüft, ob diese Überlegungen richtig sind. Zunächst wurden Säulen untersucht, die sich nur durch die Wandform unterschieden. Da das letzte Ziel der Arbeit darin besteht, die vorzügliche Wirkung von engen Säulen auch bei weiten zu erreichen, wurde schrittweise die Weite gewechselt und bis zu halbtechnischen Abmessungen gesteigert. Von ganz geringen Weiten (kleine Laborsäulen) wurde von vornherein abgesehen. Um nicht durch Wirkungen getäuscht zu werden, die vielleicht nur bei bestimmten Dampfgeschwindigkeiten oder bestimmten Füllkörperformen auftreten, wurden die Dampfgeschwindigkeiten in jeder Versuchsreihe von der niedrigsten überhaupt meßbaren bis zur höchstmöglichen gesteigert und verschiedene Füllkörper angewandt. Ferner wurde durch Rieselversuche geprüft, ob die Wirkung der Säule parallel geht mit der gleichmäßigen Verteilung der zurücklaufenden Flüssigkeit auf Innenraum und Wand der Säule. Die Destillationsversuche wurden zuerst durchgeführt und eingehender ausgestaltet als die Rieselversuche, weil sie für das letzte Ziel der Arbeit allein entscheidend sind. Die Rieselversuche sollten nur die Verbindung zwischen der Arbeitstheorie und den Destillationsversuchen fester knüpfen.

Destillationsversuche.

Die Zahl der veränderlichen Bedingungen beim Destillieren mit Säulen ist groß. Die wichtigsten sind:

Säule:	Form, Abmessungen (Höhe, Weite);
Füllkörper:	Form, Abmessungen, Werkstoff;
Destillationsgut:	Stoffe, Gehalt;
Arbeitsbedingungen:	Druck, Dampfgeschwindigkeit, Rücklaufverhältnis, Verteilung des Rücklaufs an der Säulenspitze.

Außer diesen wichtigsten Veränderlichen gibt es noch solche von geringerer Bedeutung. Da es praktisch unmöglich ist, alle Veränderlichen zu wechseln, wurden folgende für alle Versuche festgesetzt: Form der Säule: als ganzes aufrecht zylindrisch, mit drei verschiedenen Wandformen; Höhe: 140 cm Füllkörperschicht; Destillationsgut: rund 70 Gew.%iger wässeriger Äthylalkohol, der je nach der Säulenleistung auf 92,5 bis 95,25 Gew.% angereichert wurde.

Das Paar Äthylalkohol/Wasser ist zwar nicht besonders günstig, weil die Anreicherung durch die Destillation bei niedrigen Gehalten sehr viel leichter ist als bei den hohen Gehalten. Da aber die Säulenlänge kurz gewählt wurde, und infolgedessen auch nur ein verhältnismäßig geringer Gehaltsanstieg ausgemessen wurde, erschienen mir die Ungleichmäßigkeiten in den Gleichgewichtsverhältnissen hier tragbar.

Arbeitsbedingungen: Atmosphärendruck; Rücklaufverhältnis 1 : 30.

Dieses hohe Rücklaufverhältnis wurde gewählt, weil hierbei die unvermeidbaren Schwankungen praktisch ohne Einfluß auf die Anreicherung und auch auf die Auswertung blieben.

Die Verteilung des Rückflusses an der Säulenspitze geschah möglichst gleichmäßig auf der obersten Füllkörperschicht.

Die Weiten der Säulen waren 4, 8 und 16 cm. Zunächst seien die Säulen von 8 cm Durchmesser besprochen, da mit ihnen die meisten Messungen durchgeführt wurden.

Versuche mit Säulen von 8 cm Durchmesser.

Vorrichtung.

Die Vorrichtung zum Ausmessen dieser Säulen ist durch die Abbildung 2 dargestellt.

Sie bestand im wesentlichen aus der Blase, der auswechselbaren Säule und dem aufgesetzten Kondensator mit der Vorlage. Die Blase (1) war aus Eisenblech geschweißt und hatte einen Nutzinhalt von 25 l. Auf einen seitlichen Stutzen war ein Zweigstück geflanscht, dessen senkrechtes Rohr (3) von etwa 2 m Länge mit einem Wassermanometer für die Ablesung des Überdruckes verbunden war. Ein Kupferrohr (2) von 3 mm Weite diente zum Entnehmen von Blasenproben. Auf den konischen Deckel der Blase war ein Stutzen von der Weite der Säulen geschweißt. Bei einem Teil der Versuche war die Blase an ihren von Dampf bespülten Mantelteilen außen durch eine 2,5 cm starke Kieselgurschicht gegen Wärmeabgabe geschützt. Bei einem

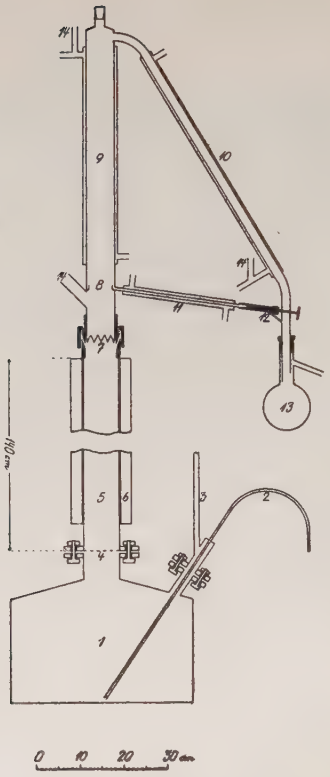

Abbildung 2.
Schnitt durch die Destilliervorrichtung der Säule 8/glatt.

anderen Teil wurde sie unisoliert verwendet. Es konnte kein Einfluß des Wärmeschutzes auf die Anreicherung in der Säule festgestellt werden. Errechnet man auf Grund der Wärmeabgabe die Anreicherung, die der Dampf durch fraktionierte Kondensation an den ungeschützten Blasenwänden erfahren kann, so erhält man derart geringe Konzentrationsverschiebungen, daß sie praktisch keinen Einfluß auf die Gesamtanreicherung in der Säule haben. Von den vier Säulen bestand die glattwandige aus einem schmiedeeisernen Siederohr von 8,2×8,9 cm Weite und 140 cm Höhe (5). Unten war in das Rohr eine auf drei nach innen ragenden Dornen ruhende Siebplatte (4) eingesetzt, deren Löcher so gebohrt waren, daß möglichst viel Durchtrittsfläche für den Dampf entstand. Die Säule war isoliert durch eine 2,5 cm starke Schicht von Kieselgur (6), die in einen Blechzylinder gefüllt worden war. Oben war die Säule durch eine konische Verschraubung mit dem Kondensator (9) verbunden. Die zweite Säule, die Wellensäule, bestand aus einem Tuboflex Stahlschlauch Type ES (nahtlos geschweißt), welcher in der Abbildung 9 am Schluß der Arbeit wiedergegeben ist (siehe auch den Schnitt in Abbildung 1/[2]), von 8 cm lichter Weite (Di), 11 cm Außenweite (Da), 1 mm Wandstärke und 140 cm Höhe. Die dritte Säule, eine Rippensäule, war aus 28 zylindrischen

Messingringen von 8 cm lichter Weite und 5 cm zylindrischer Höhe zusammengesetzt. Die Rippen waren an ihrem unteren Rande in einem Winkel von 45° kegelig so weit eingezogen, daß an diesen Stellen eine lichte Weite von 6,92 cm verblieb (siehe Abbildung 1/[3]). Die andere Rippensäule bestand entsprechend aus neun Weißblech-Zylindern von 8,2 cm lichter Weite und 15 cm zylindrischer Höhe, die unten auf 7,24 cm eingezogen waren.

Der Kondensator (9) in der Abbildung 2 bestand aus einem 5 cm weiten Messingrohr, das von einem Kühlmantel umschlossen war. Er endete unten in einem Zackenkranz (7), dessen Spitzen so nach innen gebogen waren, daß sie das Kondensat gleichmäßig auf die Oberfläche der Füllkörperschicht verteilten. Ein Seitenstutzen (14) erlaubte, ein Thermometer in den Dampfstrom zu führen. Durch eine schmale Sammelrinne (8) wurde Kondensat aufgefangen, das durch ein 0,6 cm weites wassergekühltes Kupferrohr (11) einem Nadelventil (12) zugeführt wurde. Mit der feingängigen Spindel des Ventils ließ sich die zu entnehmende Menge des Destillats sehr genau regeln. Durch ein kurzes Kupferrohr war das Ventil verbunden mit dem unteren Ende des wassergekühlten Entlüftungsrohres (10). Die drei Kühlmäntel des Kondensators waren in der Reihenfolge 10—11—9 durch Wasserschläuche hintereinander geschaltet. Das Kühlwasser trat unten in den Kühler (10) und oben aus dem Kühler (9). An den Zu- und Ablaufstutzen für das Kühlwasser waren die senkrechten Stutzen (14) zum Einführen von empfindlichen in $^1/_{10}$ Grade geteilten Thermometern vorgesehen. Das Destillat wurde aufgefangen in der Vorlage (13), einem Destillierkolben von 500 cm³ Inhalt. Dessen absteigendes Rohr war an einen großen mit Glasringen gefüllten und mit konzentrierter Schwefelsäure beschickten Trockenturm angeschlossen, der die Luftfeuchtigkeit ausschloß. Getragen wurde die gesamte Vorrichtung durch zwei Wandkonsole, an die sie unter- und oberhalb des Wärmeschutzmantels lotrecht ausgerichtet mit Schellen befestigt war. Die Blase wurde beheizt mit einem aus ¾-zölligem Gasrohr hergestellten ringförmigen Gasbrenner, dessen Gasdüse 5,5 mm Durchmesser hatte. Er war nach Art des Bunsenbrenners mit vier Öffnungen für Primärluft versehen und hatte auf dem Umfang des Ringes etwa hundert 2,5 mm weite Bohrungen für die Gasflämmchen. Bei den höchsten Belastungen mußte die Heizung verstärkt werden durch zwei kräftige Teklubrenner. Um einen möglichst gleichmäßigen Gang der Säule zu gewährleisten, wurde der Gasdruck mit Hilfe von *Junkers*chen Gasreglern konstant gehalten. Die Gleichmäßigkeit des Kühlwasserflusses wurde durch ein Überlaufgefäß, wie es in der Abbildung 7 A/[4] dargestellt ist, herbeigeführt. Bei den Versuchen mit höchster Belastung mußte dieses Gefäß ausgeschaltet werden, weil sein Durchsatzvermögen zu klein wurde, und weil bei großen Kühlwassermengen die Schwankungen eine geringere Rolle spielten.

Als Füllkörper wurden in den meisten Versuchen Raschigringe aus Porzellan von dem Nenndurchmesser 10 mm und einer Wandstärke von 2,8 mm verwendet. Außerdem wurden Prymringe von dem Nenndurchmesser 6 mm aus 0,2 mm starkem Kupferblech angewandt. Diese Ringe sind aus Blech streifen so gebogen, daß ein Streifenende den Zylinder diametral unterteilt. Diese Zwischenwand soll wohl die Oberfläche des Ringes vergrößern (Zuwachs $^1/_3$). Um die Ringe läuft in der Mitte ein ausgedrückter Wulst, der wohl die Festigkeit steigern und die Neigung der Ringe zur parallelen Lagerung vermindern soll. Schließlich wurden noch Spiralkörper aus Metalldraht geprüft, die in ihrem äußeren Umriß den Raschigringen ähnlich waren. Spiral-

drahtkörper sind in der Literatur oft gerühmt worden, weil ihre Oberfläche und ihre Wirkung besonders groß sein sollen. Bezüglich der Oberfläche läßt sich jedoch mathematisch ableiten*, daß die Spiralkörper nur bei sehr enger Wickelung überlegen sind. Man findet nämlich, daß die Oberfläche eines Spiralkörpers größer ist als die eines Ringkörpers von gleichem Schüttvolumen, wenn die Ganghöhe der Spirale kleiner als 1,57 des Drahtdurchmessers ist. Sie ist kleiner, wenn die Ganghöhe 1,57 übertrifft. Eine Spirale von 1,57 Drahtdurchmesser Ganghöhe ist aber schon recht eng und die mir zugänglich gewesenen handelsüblichen waren alle viel weiter gewickelt. Es ist auch nicht richtig, wenn behauptet wird, daß Spiralringkörper infolge ihres geringen Eigenvolumens den größten freien Raum in der Säule geben. Vergleicht man zum Beispiel die Prymringe mit meinen mechanisch etwa gleich festen Spiralkörpern, die aus 0,8 mm starkem verzinktem Eisendraht gewickelt waren, so ergibt sich, daß die spezifische Oberfläche der Prymringe 100 cm^2/cm^3 und die der Spiralkörper 50 cm^2/cm^3 ist. Der von dem Material eingenommene Raum ist also in dem ersten Fall halb so groß wie in dem zweiten. Bezogen auf den freien Raum in der Säule ist der Unterschied allerdings viel geringer; denn dieser ist im ersten 85% und im zweiten Fall 70% des gesamten Säulenraumes. Bezüglich der Oberfläche war mit Spiralkörpern kein Vorteil zu erwarten. Da ihre angeblich höhere Wirkung aber auch noch andere Ursachen haben konnte, z. B. eine bessere Ausbildung der Flüssigkeitshäutchen zwischen den Windungen, habe ich solche Körper mit in die Untersuchung einbezogen. Verzinkter Eisendraht von 0,8 mm Durchmesser wurde zu Spiralen von 6,7 mm Außendurchmesser und 1,1 mm Steigung (= 1,38 Drahtdurchmesser) gewickelt. Die Spiralen wurden dann in etwa 6,5 mm lange Stücke zerschnitten.

Die Füllkörper wurden jeweils 1,4 m hoch in die Säulen geschüttet. Um ein Zerspringen der Porzellan-Füllkörper beim Einschütten zu vermeiden, wurde die Säule vorher mit Wasser gefüllt.

Verfahren.

Käuflicher Äthylalkohol wurde in einer 6 m hohen Säule [7] rektifiziert, bis er geruchs- und geschmacksrein war. Dann wurden 20 l auf 71 Gew.% verdünnter Alkohol in die Blase gefüllt.. Diese Konzentration wurde nach jedem Versuch durch Zugabe von höherprozentigem Alkohol wiederhergestellt.

Für den als Beispiel folgenden Versuch wurde die Säule 8/glatt mit 10 mm Porzellanringfüllung verwandt. Zunächst wurde die Heizung auf die gewünschte Belastung, in diesem Fall 20 kcal/min eingeregelt. Die Kalorien wurden errechnet aus dem gemessenen Kühlwasser-Durchfluß je Minute und dem Temperaturanstieg, welcher durch Regeln der Kühlwassermenge so eingestellt wurde, daß das Mittel aus der Zu- und Abflußtemperatur mit der

* Die zum Vergleich herangezogenen isodiametrischen Ringe vom Durchmesser D sollen eine unbedeutende Wandstärke haben. Ihre Oberfläche ist dann $2\,D^2\pi = 6{,}28\,D^2$. Die Spirale soll im Grenzfall Lage an Lage gewickelt sein (Ganghöhe = 1 Drahtdurchmesser). Die Höhe D des Spiralkörpers sei gleich dem Mittel zwischen dem inneren und dem äußeren Durchmesser. Der Durchmesser des Drahtes sei d. Dann ist die Oberfläche dieses Körpers $d\pi \cdot D\pi \cdot D\,d - (D\pi)^2 = 9{,}86\,D^2$. Die engst gewickelte Spirale hat also eine 1,57 mal so große Oberfläche wie ein zylindrischer Ringkörper von angenähert gleichem Schüttvolumen.

Zimmertemperatur ungefähr übereinstimmte, um die Änderung der Kühlwassertemperatur durch die Luft möglichst gering zu halten. Durch Vorversuche war festgestellt, daß sich nach einer halben Stunde die gesamte Apparatur im Wärmegleichgewicht befand. Für die Einstellung des Rücklaufverhältnisses wurde nun die je Minute kondensierte Alkoholmenge errechnet. Dafür wurde die gemessene Anzahl kcal/min zunächst um den kleinen Betrag, der durch Luftkühlung an den freien Teilen zwischen Säule und Kühlmantel abgeführten Wärme berichtigt. Die Fläche betrug 0,0425 m^2. Bei einer ungefähren Temperaturdifferenz von 60° und einer geschätzten Wärmeübergangszahl von 7 beträgt die hier abgegebene Wärmemenge je Minute 0,3 kcal. Die über der Füllkörperschicht kondensierte Menge Alkohol in g/min ist dann gleich dem Quotienten aus der gesamten, oberhalb der Füllkörperschicht abgeführten Wärmemenge und der Verdampfungswärme des Alkoholgemisches. Der Gehalt des Alkohols, von dem die Verdampfungswärme abhängt, war zunächst nur ungefähr aus den Vorversuchen bekannt und betrug 94 ± 1 Gew.%. Aus dem mittleren Wert von 94 Gew.% ergibt sich eine Verdampfungswärme von 227 cal/g, wenn man die Verdampfungswärme von Äthylalkohol bei 80° mit dem von *Young* [10] gefundenen Wert 206,4 cal/g, die von Wasser bei 80° nach *Henning* [11] mit 551,6 cal/g einsetzt und annimmt, daß für die Gemische die Verdampfungswärmen proportional den Gehalten sind. Diese Annahme trifft sicher nicht ganz zu. Denn Alkohol und Wasser haben eine merkliche Mischungswärme. Der Fehler ist aber erstens klein, und da er zweitens in den Versuchsreihen praktisch konstant ist, hat er keinen merklichen Einfluß auf den Vergleich der Versuche untereinander. Aus den Berechnungen ergaben sich folgende Werte:

Tafel 3.

Gew.% Alkohol . . .	90,0	91,0	92,0	93,0	94,0	95,0	96,0
Verdampfungswärme bei 80° .	240,9	237,7	234,2	230,7	227,2	223,8	220,4

Das Mengenverhältnis der als Destillat abgenommenen Flüssigkeit zu der in die Säule zurücklaufenden wurde hier wie in allen anderen Versuchen auf etwa 1 : 30 mit dem Nadelventil eingestellt. Nun wurde die Säule eine Viertelstunde lang gleichmäßig weiter betrieben. Dann wurde mit dem Auffangen der ersten Destillatprobe für die Auswertung begonnen. In viertelstündigen Abständen wurden insgesamt fünf Proben von je etwa 25 cm^3 abgenommen und in sorgfältig getrocknete, mit eingeschliffenen Glasstöpseln versehene Fläschchen gefüllt. Es erwies sich als notwendig, die Fläschchen bis zur Untersuchung ihres Inhalts in einem Exsiccator aufzubewahren, weil sich sonst durch die Luftfeuchtigkeit trotz des Verschlusses mit dem Stöpsel der Gehalt des Alkohols mitunter um einige hundertstel Prozent verringerte. Während jedes Vorlagewechsels wurde die Menge des in der Zeiteinheit ausfließenden Destillats bestimmt. Gleichzeitig wurde auch die Kondensatmenge/min in der beschriebenen Weise gemessen, um so das Rücklaufverhältnis auch während des Versuchs festzustellen. Eine Probe der Blasenflüssigkeit wurde während des Versuchs auf folgende Weise entnommen: durch einen kurzen Luftstoß in das Entnahmerohr (Abbildung 2/^{2}) wurde zunächst die Flüssigkeit aus diesem geblasen. Dann wurde ein evakuierter 100 cm^3 fassender Rundkolben an das Entnahmerohr geschlossen und geöffnet. Während

des Versuchs wurden grundsätzlich keine Änderungen der Versuchsbedingungen vorgenommen. Die geringen Schwankungen wurden rechnerisch durch Mittelung ausgeglichen. Für den beschriebenen Versuch entstand folgender Laboratoriums-Bericht:

Tafel 4.

Säule 8/glatt. Zeit zum Anheizen: 30 Min.
Füllung: 10 mm Porzellan. Zeit zum Durchwärmen: 30 Min.

	Vorversuch				Hauptversuch						Mittel aus d. Hauptversuch
Zeit in min	00	15	30	45	60	75	90	105	120	135	—
Kühlwasser l/min . .	2,30	2,31	2,33	2,33	2,32	2,30	2,31	2,30	2,31	2,32	2,31
„ Temp.-Anstieg ° C .	7,3	9,5	8,9	8,2	8,3	8,3	8,7	8,7	8,7	8,7	8,5
kcal/min (berichtigt) .	17,1	22,2	21,0	19,4	19,6	19,4	20,4	20,3	20,4	20,5	20,10
Kondensatmenge g/min	—	—	—	—	86,4	85,5	89,9	89,4	89,9	90,3	88,43
Destillatmenge g/min .	—	—	—	—	2,91	2,91	2,91	2,91	2,91	2,91	2,91
Rücklaufverhältnis 1 zu	—	—	—	—	29,7	29,4	30,9	30,7	30,9	31,0	30,4
Blasendruck mm W.S. .	9	13	12,5	11,5	11	11	11	11,5	11,5	11,5	11,25
Nr. der Destillatprobe .	—	—	—	—	—	1	2	3	4	5	—

An den Hauptversuch schloß sich die Bestimmung der spezifischen Gewichte. Gewöhnlich wurden nur die Proben 1, 3 und 5 untersucht. Nur wenn diese unter sich nicht übereinstimmten, was sehr selten vorkam, wurden die Proben Nr. 2 und 4 mit herangezogen. Die Proben wurden in einem mit eingeschliffenen Kappen versehenen Ostwaldschen Pyknometer von ungefähr 9 cm^3 Inhalt mit einem neu geeichten Gewichtssatz auf der Analysenwaage ausgewogen. Die Meßtemperatur von 20,00° wurde durch ein auf ein $^1/_{10}$° geteiltes geeichtes Thermometer bestimmt. Die errechneten Dichten wurden auf den luftleeren Raum bezogen. Für die Berechnung der Gehalte aus den Dichten dienten als Unterlagen die Angaben von *Mendelejeff* [12]. Die Gehalte des Destillats betrugen: 93,27; 93,26 und 93,28 Gew.%. Die Blasenkonzentration wurde zu 70,95 Gew.% gefunden.

Bei der Häufigkeit der Dichteberechnungen erwies es sich als zweckmäßig, das im Pyknometer bestimmte Gewicht des Alkohols durch ein Diagramm in Beziehung zu setzen zum Gehalt und die zu bestimmenden Gehalte aus dem Diagramm zu entnehmen. Die Genauigkeit meines Diagramms erlaubte mir, die Gehalte auf 0,005 Gew.% abzulesen. Dieser Fehler ist etwas kleiner als der, welchen man bei den zugrunde liegenden Gehalts/Dichte-Bestimmungen von *Mendelejeff* annehmen muß.

Um zu dem genauen Rücklaufverhältnis zu kommen, wurde zunächst aus der Tafel 3 die dem Gehalt genau entsprechende Verdampfungswärme abgelesen und zu 229,8 cal/g gefunden. Der Quotient aus der durchschnittlichen berichtigten Wärmemenge (20,1 kcal/min) und der Verdampfungswärme ergab die durchschnittliche Kondensatmenge 87,5 g/min. Da die Menge des je min abgenommenen Destillats 2,91 g betrug, ergab sich das genaue Rücklaufverhältnis als 1 : 30,0.

Zum Vergleich der bei den verschiedenen Versuchen erhaltenen Anreicherungen wurde jeweils die Zahl der diesen Anreicherungen entsprechenden theoretischen Böden errechnet. Das Maß des gleichwertigen theoretischen

Bodens ist an Bodensäulen von *Sorel* [1] entwickelt worden. Ein theoretischer Boden ist ein Boden einer Säule, auf dem Dampf und Flüssigkeit als im Gleichgewicht der Gehalte befindlich angenommen wird. Der theoretische Boden ist eine größere Wirkungseinheit als der tatsächliche Boden in einer Säule. Denn auf diesem wird das Gleichgewicht der Gehalte von Dampf und Flüssigkeit nicht voll erreicht. Der Dampf bleibt vielmehr praktisch immer geringer im Gehalt als er sein müßte. Die Annäherung an das Gleichgewicht hängt stark von den Betriebsbedingungen ab. Sie ändert sich mit der Bauart des Bodens, der Art und dem Gehalt des Gemisches, dem Druck, der Belastung und dem Rücklaufverhältnis. Trotz des schwankenden Wirkungswertes der praktischen Böden hat sich der theoretische Boden als ein für den Vergleich und für die Konstruktion von Säulen recht brauchbares Maß erwiesen. Er wird heute ganz überwiegend zur Kennzeichnung von Säulen verwendet. Man hat ihn auch auf die Füllkörpersäulen übertragen und gibt dann an, durch welches Höhenstück einer Füllkörpersäule die Wirkung eines theoretischen Bodens erreicht wird. Dieses Höhenstück ist ebenso wie der praktische Boden einer Säule von den genannten Betriebsbedingungen abhängig. Nur treten als wirkender Faktor an Stelle der Bauart des Bodens die Bauart der Säule und die Art der Füllkörper.

Für die Umrechnung einer gemessenen Anreicherung in die Zahl der gleichwertigen theoretischen Böden sind viele Verfahren entwickelt worden. Eine Kritik dieser Berechnungsmethoden gab *Fischer* [13]. Ich wandte wegen ihrer Umständlichkeit weder die älteren Verfahren von *Sorel* [1] und *Hausbrand* [14] noch die Integrale von *Lewis* [15] an, sondern benutzte die graphische Methode von *Mc Cabe* und *Thiele* [16], die ohne Zweifel bei völlig hinreichender Genauigkeit die bequemste ist. Die Grenze der Genauigkeit liegt viel weniger in der Auswertung als in den Schwankungen der Versuchsergebnisse, die bei meinen Versuchen mit 7% zu veranschlagen sind und in der Unsicherheit der Gleichgewichtskurve. Der letzte Einfluß wird um so größer, je näher man mit dem Gehalt des Destillats an die höchst erreichbare Konzentration, das heißt in diesem Falle an den Gehalt des konstant siedenden Gemisches herankommt. Ich benutzte die Angaben von *Hausbrand* [14], die aus den Messungen von *Bergström* [14] über das Gleichgewicht der Gehalte von Dampf und Flüssigkeit siedender Äthylalkohol/Wasser-Gemische errechnet sind. Da *Bergström* und *Hausbrand* das konstant siedende Gemisch mit 95,0 Gew.% Alkohol zweifellos zu tief angegeben haben, verließ ich ab 94,0 Gew.% ihre Tafel und interpolierte geradlinig auf 95,57 Gew.%, den Wert, welcher durch die sorgfältigen Messungen von *Young* und *Fortey* [17] gefunden wurde, und welchem die allerdings etwas streuenden Meßergebnisse von *Noyes* und *Warfel* [18] sehr nahe kommen.

Bei der Anwendung des *Mc Cabe-Thiele*schen Berechnungsverfahrens habe ich im Unterschied zu den Autoren als Mengeneinheit für die Berechnungen nicht das Mol gewählt, sondern — wie *Peters* als erster für das Verfahren nach *Lewis* — die Verdampfungswärme-Einheit, künftig mit VWE abgekürzt, benutzt. Die VWE ist die Gewichtsmenge eines Stoffes in g, die durch 1 cal verdampft wird. Das Gewicht der VWE ist beispielsweise für Wasser von 80° $1/551{,}6 = 1{,}813 \times 10^{-3}$ g, da 1 g Wasser bei 80° von 551,6 cal verdampft wird. Entsprechend ist das Gewicht der VWE für Äthylalkohol von der gleichen Temperatur $1/206{,}4 = 4{,}848 \times 10^{-3}$ g.

Das Mol ist der VWE als Einheit für derartige Rechnungen gleichwertig, wenn die *Troutons*che Regel für das betrachtete Stoffpaar zutrifft. Es führt aber zu falschen Ergebnissen, wenn die beiden Stoffe verschiedene *Troutons*che Konstanten haben. Für Alkohol und Wasser sind die Konstanten zwar nicht sehr verschieden. Sie betragen bei Atmosphärendruck 27,2 und 26,0 *(Eucken* [19]). Doch ziehe ich grundsätzlich die VWE als das genauere Maß für diese Berechnungen dem Mol vor.

Die Gehalte der Alkohol/Wasser-Gemische werden im folgenden bei der Anwendung der *Mc Cabe-Thiele*schen Methode in VWE pro l ausgedrückt, so wie im Original entsprechend die Gehalte in Mol pro l beziehungsweise Mol pro 100 ausgedrückt sind. Die Berechnung der VWE-Gehalte von Gemischen wird wie die von Mol-Gehalten durchgeführt. Als Beispiel diene 90,0 Gew.% Äthylalkohol:

90,0 g Alkohol	$90/4{,}848\times10^{-3} = 18{,}576\times10^{-3}$ VWE
10,0 g Wasser	$10/1{,}813\times10^{-3} = 5{,}516\times10^{-3}$ VWE
100,0 g 90,0 Gew.% Alkohol	$24{,}092\times10^{-3}$ VWE

Alkohohlgehalt in VWE pro 1: 18,576/24,092 = *0,77104.*

Die Abbildung 3 zeigt ein Diagramm nach *Mc Cabe* und *Thiele.*

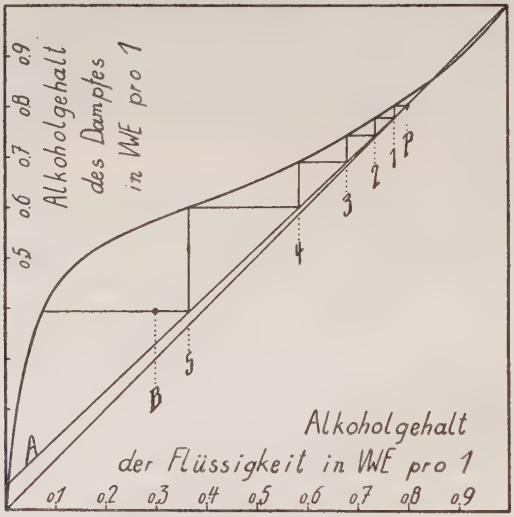

Abbildung 3.
Diagramm nach *Mc Cabe-Thiele.*

Als Abszisse ist der Gehalt der Flüssigkeit, als Ordinate der des Dampfes in VWE pro l aufgetragen. Die Kurve gibt die Gleichgewichte der Gehalte von bei Atmosphärendruck siedenden Gemischen wieder. Die Gerade AP, die „Anreicherungsgerade", ist gegeben durch die Gleichung

$$y_{n+1} = \frac{R}{R+1} \cdot x_n + \frac{x_p}{R+1},$$

worin x_n der Gehalt der Flüssigkeit auf dem n-ten Boden, y_{n+1} der Gehalt des Dampfes auf dem darunterliegenden (n+1)-ten Boden und R das Verhältnis von Rücklaufmenge zu Destillatmenge bedeuten*. Diese Gerade gibt also für ein bestimmtes Rücklaufverhältnis und für einen bestimmten Gehalt des Destillats den Gehalt der Flüssigkeit auf einem Boden in Abhängigkeit zum Gehalt des Dampfes auf dem darunterliegenden Boden an. Der Gehalt des

* Die Ableitung der Gleichung muß der Originalarbeit entnommen werden.

Destillats — in der Abbildung: „P" — ist bei totaler Kondensation gleich dem Gehalt des Dampfes auf dem obersten Boden. Aus der Gleichgewichtskurve ergibt sich dann der Gehalt der Flüssigkeit auf diesem Boden, weiter dann aus der Anreicherungsgeraden der Gehalt des Dampfes auf dem darunterliegenden Boden, dann wieder aus der Gleichgewichtskurve der Gehalt der Flüssigkeit usf. Man führt die treppenartigen Schritte fort, bis man mit dem Gehalt der Flüssigkeit unter den Gehalt der Blasenflüssigkeit gekommen ist. Durch Auszählen der Stufen erhält man den ganzzahligen Wert der theoretischen Böden, der noch um einen Dezimalbruch zu erhöhen ist. Diesen erhält man, wenn man den Teil des letzten Schrittes, welcher oberhalb des Gehalts der Blasenflüssigkeit liegt, durch den ganzen Schritt teilt. Außerdem muß von der so bestimmten Zahl der theoretischen Böden ein Boden abgezogen werden, weil die Blase nicht als unterster Boden gelten soll.

Will man bei der graphischen Auswertung solcher Diagramme die Genauigkeit von 0,1 Boden erreichen, so führt man zweckmäßig die Zeichnung in einem großen Maßstab aus. Ich habe das Diagramm in der Größe 1×1 m und außerdem den Bereich von 0,85 VWE/1 bis zum Gehalt des konstant siedenden Gemisches gesondert auf das Zehnfache vergrößert gezeichnet. Der Zeichenfehler betrug dann, wie ich durch Wiederholung von Zeichnungen feststellte, nur wenige hundertstel Boden, ist also viel geringer als der Versuchsfehler.

Um später die verschiedenen Säulenweiten miteinander vergleichen zu können, wurden die Belastungen (kcal/min) umgerechnet in die Dampfgeschwindigkeiten (m/sec), bezogen auf den Gesamt-Querschnitt der Säule ohne Berücksichtigung der Füllkörper. Die Dampfgeschwindigkeiten sind daher nur für Versuche mit gleichen Füllkörpern unmittelbar vergleichbar. Sie wurden berechnet nach der Gleichung:

$$v = \frac{22\,400 \times T \times G}{M \times 273 \times 60 \times Q}$$

Darin sind:

T die absolute Siedetemperatur des Kondensats;
G die Kondensatmenge g/min;
M das durchschnittliche Molekulargewicht des Kondensats;
Q der Querschnitt der leeren Säule ohne Füllkörper.

Für die Versuchsreihen habe ich als Gehalt des Kondensats allgemein 94,0 Gew.%, die absolute Siedetemperatur entsprechend mit $273 + 78{,}2° = 351{,}2°$ *(Noyes* und *Warfel* [18]) eingesetzt. Das durchschnittliche Molekulargewicht des Kondensats berechnete sich zu 44,37. So geht die Gleichung über in

$$v = 10{,}824 \times G/Q.$$

Der Querschnitt für die Säule 8/glatt ist 52,81 cm². Für die Säule 8/Wellen wurde ihr engster Querschnitt, welcher in der Abbildung 9 dem Durchmesser Di entspricht, eingesetzt. Er beträgt dann 50,27 cm². Bei den Rippensäulen mußte der Querschnitt aus den Versuchsergebnissen errechnet werden, denn er wird bestimmt sowohl durch die lichte Weite des Rohres als auch durch die der Rippen. Der „wirksame" Querschnitt liegt zwischen den Werten, welche diesen beiden lichten Weiten entsprechen. Kennt man aus je einer Versuchsreihe, die an einer Säule mit bekanntem und an einer mit unbekanntem Querschnitt gewonnen wurden, die Abhängigkeit der Blasendrücke von den Belastungen, so kann man für beide Säulen die gleichen Blasen-

drücken zugehörigen Belastungen bestimmen. Da für diese auch gleiche Dampfgeschwindigkeiten gelten müssen, gibt ihr Verhältnis zueinander das umgekehrte Verhältnis der beiden Querschnitte zueinander wieder. Es kann also aus dem bekannten Querschnitt der unbekannte wirksame Querschnitt berechnet werden. Durch Vergleich mit der glatten Säule wurde für die 8/Rippen-5 ein wirksamer Querschnitt von 47,78 cm^2, für die Säule 8/Rippen-15 ein solcher von 52,81 cm^2 gefunden. Es zeigt sich also, daß die Einschnürungen durch die Rippen im ersten Fall um 4,2% und im zweiten Fall unmerklich den Querschnitt des Rohres vermindert hatten. Man verliert also durch das Einsetzen solcher schmaler Rippen mit den angegebenen Abständen in eine glatte Säule praktisch nichts an Querschnitt.

In der beschriebenen Weise wurden an den vier Säulen von 8 cm Durchmesser rund 80 Destillationsversuche durchgeführt, von denen alle unter einwandfreien Bedingungen verlaufenen in der folgenden Tafel zusammengestellt sind.

Zusammenstellung der Versuche.

Tafel 5.

Vers. Nr.	Belastung kcal/min	Druck in der Blase mm WS	Dampfgeschwd. m/sec	Rücklauf verh. 1 zu	Gew.% Alkohol Blase	Gew.% Alkohol Destillat	Zahl d. theor. Bd. Einzelversuch	Zahl d. theor. Bd. Mittel aus d. Vers. R
			Versuchsreihe 1: Säule 8/glatt mit 10 mm Porzellanringen					
1	11	4,5	0,09	30,8	71,1	93,16	7,2	7,8
2	20	11,5	0,18	30,0	71,0	93,27	7,4	
3	31	22,5	0,27	30,1	70,7	93,59	8,3	
4	41	—	0,36	30,3	71,7	93,42	7,9	
5	50	—	0,45	30,5	71,5	93,58	8,2	
6	60	—	0,53	30,2	70,8	93,50	8,0	
7	72	135	0,65	31,7	69,7	93,97	10,0!	
8	85	208	0,77	32,2	71,0	94,10	10,7!	
			Versuchsreihe 2: Säule 8/glatt mit 6 mm kupfernen Prym-Ringen.					
9	11	—	0,10	31,0	69,1	94,31	11,6	12,3
10	21	—	0,19	30,2	68,7	94,30	11,6	
11	31	—	0,28	31,0	68,1	94,46	12,6	
12	40	—	0,37	31,0	67,0	94,45	12,9	
13	50	—	0,45	30,4	66,8	94,32	12,1	
14	62	—	0,56	31,1	66,8	94,52	13,2	
			Versuchsreihe 3: Säule 8/Wellen mit 10 mm Porzellanringen.					
15	11	4	0,10	30,0	70,6	93,00	6,7	8,8
16	20	9	0,19	29,8	70,1	92,48	5,7	
17	30	18	0,28	29,3	69,5	93,02	6,9	
18	41	34	0,38	30,5	70,5	93,40	7,7	
19	51	61,5	0,48	31,1	69,9	93,98	9,9	
20	61	83	0,58	30,2	69,4	94,17	10,8	
21	71	104	0,67	30,2	68,7	94,24	11,3	
22	71	108	0,67	30,8	69,5	94,32	11,6	
23	81	145	0,78	30,8	67,8	94,37	12,1!	
24	85	173	0,81	19,4!	66,0	94,30	12,7!	

Vers. Nr.	Belastung kcal/min	Druck in der Blase mm WS	Dampfgeschwd. m/sec	Rücklauf verh. 1 zu	Gew.% Alkohol Blase	Gew.% Alkohol Destillat	Zahl d. theor. Bd. Einzelversuch	Zahl d. theor. Bd. Mittel aus d. Vers. R
Versuchsreihe 4: Säule 8/Rippen-5 mit 10 mm Porzellanringen.								
25	11	3	0,10	30,3	72,5	94,12	10,4	
26	20	10,5	0,20	29,5	72,1	93,92	9,7	
27	30	26	0,30	29,5	72,2	94,07	10,6	
28	40	43,5	0,40	29,7	71,8	93,97	10,2	10,2
29	51	84	0,51	30,3	71,6	93,93	9,6	
30	50	87	0,50	29,8	71.6	93,94	9,9	
31	60	129	0,60	29,4	71,4	94,14	11,1	
32	65	197	0,66	29,6	70,8	94,46	13,2!	
33	70	199	0,70	30,0	70,9	94,49	13,5!	
Versuchsreihe 5: Säule 8/Rippen-15 mit 10 mm Porzellanringen.								
34	10	5	0,09	29,5	72,0	94,24	11,3	
35	20	11	0,18	31,1	71,9	94,30	11,8	
36	30	22	0,27	30,6	71,5	94,16	11,1	
37	40	38	0,36	30,9	71,3	94,09	10,6	11,0
38	50	67	0,45	30,0	71,2	94,16	11,2	
39	60	95	0,54	28,1	71,0	94,00	10,4	
40	72	133	0,65	31,2	70,8	94,17	10,9	
41	76	181	0,69	30,4	70,7	94,32	12,3!	
42	80	525!	0,73	30,9	68,8	94,69	15,4!	
Versuchsreihe 6: Säule 8/Rippen-15 mit 6 mm kupfernen Prym-Ringen.								
43	10	4,5	0,09	30,1	71,9	94,56	13,7	
44	21	12	0,19	30,6	71,6	94,69	15,0	
45	30	25	0,28	31,1	71,4	94,66	14,6	
46	40	39	0,37	29,6	71,1	94,57	13,9	
47	51	85	0,47	30,5	71,0	94,55	13,8	14,1
48	59	110	0,54	27,6	70,7	94,55	13,9	
49	72	134	0,65	29,9	70,4	94,57	13,9	
50	81	171	0,73	29,7	69,7	94,55	13,9	
51	80	189	0,73	30,3	70,1	94,63	14,5	
Versuchsreihe 7: Säule 8/Rippen-15 mit 6,6 mm Eisendraht-Spiralringen.								
52	10	4	0,09	28,3	71,5	93,27	7,5	
53	20	6	0,18	29,8	71,2	93,50	8,2	
54	30	10	0,27	29,0	71,1	93,40	7,8	
55	40	15	0,36	29,8	70,8	93,28	7,5	8,3
56	50	19	0,44	29,4	70,5	93,64	8,5	
57	61	28	0,55	28,5	70,4	93,56	8,3	
58	68	39	0,61	28,3	70,1	93,84	9,6	
59	81	51	0,72	27,7	69,7	93,60	8,9	

Versuche mit Säulen von 4 cm Durchmesser.

Vorrichtung und Verfahren.

Als Vorrichtung diente eine Säule von grundsätzlich gleichem Aufbau wie für die Versuche mit den Säulen von 8 cm Durchmesser. Die Säule ist im einzelnen von *Fischer* [*13*] beschrieben. Meine Anordnung unterschied sich

von der *Fischer*schen nur dadurch, daß ich eine 6 l fassende, kupferne Blase verwandte, die mit einem Anschluß zum Messen des Blasendrucks und mit einem dicht über dem Boden sitzenden Stutzen zur Entnahme von Blasenproben versehen war. Der Gasdruck wurde durch einen Regler, der Kühlwasserstrom durch ein Überlaufgefäß (siehe Abb. 7 A/[4]) konstant gehalten. Die glatte Säule hatte einen Durchmesser von 4,0 cm und eine Länge von 145 cm. Die Wellensäule bestand aus einem Tuboflex Stahlschlauch Type ES von 4,0 cm engster Lichtweite (Di) und 145 cm Länge. Die Füllung wurde in beide Säulen genau 1,4 m hoch eingeschüttet. Als Füllkörper dienten Raschigringe aus Porzellan von 10 mm Nenndurchmesser und kleine angenähert isodiametrische Glasringe mit folgenden als Mittel von 30 Ringen gefundenen Maßen: Außendurchmesser 5,1 mm, Innendurchmesser 3,7 mm, Höhe 6,7 mm. Die Versuche wurden in genau derselben Weise wie bei den Säulen mit 8 cm Weite durchgeführt. Zur Berücksichtigung der Luftkühlung an dem Stück zwischen Isoliermantel der Säule und Kühlmantel des Kondensators wurde eine wärmeabgebende Fläche von 170 cm^2 und dementsprechend eine Wärmemenge von 0,12 kcal/min in die Rechnung eingesetzt. Auch die Auswertung geschah wie bei den oben beschriebenen Säulen. Von 35 durchgeführten sind die einwandfrei verlaufenen Versuche in der folgenden Tafel zusammengestellt. Die dritte Versuchsreihe in der Tafel entstammt einer Privatmitteilung von *Jantzen*. Sie wurde an einer fast gleichen Säule mit Füllkörpern gewonnen, die meinen Glasringen sehr ähnlich waren. Die mittleren Maße aus 30 Ringen betrugen: Außendurchmesser 4,5 mm, Innendurchmesser 3,3 mm, Höhe 4,5 mm. Diese Versuchsreihe stimmt mit meiner entsprechenden recht gut überein. (Vergleiche Versuchsreihe 2.)

Zusammenstellung der Versuche.

Tafel 6.

Vers. Nr.	Belastung kcal/min	Druck in der Blase mm WS	Dampfgeschwd. m/sec	Rücklauf verh. 1 zu	Gew.% Alkohol Blase	Gew.% Alkohol Destillat	Zahl d. theor. Bd. Einzelversuch	Zahl d. theor. Bd. Mittel aus d. Vers. R
Versuchsreihe 1: Säule 4/glatt mit 10 mm Porzellanringen.								
60	1,6	3	0,06	32,2	73,0	94,16	10,4	
61	2,0	3	0,07	29,1	74,3	94,31	11,4	
62	3,1	5	0,11	28,8	74,9	94,32	11,4	
63	5,1	8	0,19	29,8	74,4	94,14	10,5	
64	7,1	14	0,27	29,9	74,1	93,90	9,4	9,7
65	9,2	21	0,35	30,1	73,1	93,69	8,9	
66	11,1	31	0,42	31,2	73,0	93,60	8,3	
67	13,1	44	0,49	29,4	72,9	93,60	8,2	
68	14,0	51	0,55	31,9	72,5	93,65	8,4	
Versuchsreihe 2: Säule 4/glatt mit 5,9 mm Glasringen.								
69	1,5	—	0,06	26,5	70,5	94,71	15,1	
70	2,6	—	0,10	29,9	61,4	94,66	16,2	
71	2,8	—	0,11	31,4	71,7	94,81	16,2	15,8
72	4,2	—	0,16	30,6	71,2	94,68	15,7	
73	7,3	—	0,28	29,4	67,0	94,69	15,8	
74	9,7	—	0,37	30,6	71,6	95,25	24,7!	

Vers. Nr.	Belastung kcal/min	Druck in der Blase mm WS	Dampfgeschwd. m/sec	Rücklauf verh. 1 zu	Gew.% Alkohol Blase	Gew.% Alkohol Destillat	Zahl d. theor. Bd. Einzelversuch	Zahl d. theor. Bd. Mittel aus d. Vers. R
			Versuchsreihe 3: Säule 4/glatt mit 4,5 mm Glasringen (Jantzen).					
a	1,5	—	0,05	34,0	70,3	94,46	14,0	
b	2,7	—	0,10	34,7	70,7	94,61	15,0	15,0
c	4,5	35	0,16	37,4	70,7	94,60	15,0	
d	7,2	80	0,26	29,4	70,7	94,67	16,0	
e	11,5	—	0,42	35,1	72,0	94,87	18,5!	
f	11,7	—	0,43	30,2	71,6	94,81	17,5!	
			Versuchsreihe 4: Säule 4/Wellen mit 10 mm Porzellanringen.					
75	1,6	2,5	0,06	31,6	69,3	93,96	10,1	
76	2,1	3	0,08	30,1	68,6	94,09	11,0	
77	2,1	3	0,08	27,0	66,3	94,19	11,3	
78	3,1	4	0,12	30,1	67,5	93,97	10,4	
79	5,2	7	0,20	30,7	65,7	93,94	10,1	
80	7,1	10	0,27	28,8	67,4	93,87	10,0	10,5
81	9,0	16	0,34	30,0	66,6	93,93	10,2	
82	10,2	20	0,39	30,8	65,7	93,97	10,5	
83	12,1	30	0,46	31,2	64,2	94,06	10,4	
84	12,9	33	0,49	30,3	63,6	94,07	10,6	
85	13,9	465!	0,53	29,6	58,4!	94,05	10,6	
			Versuchsreihe 5: Säule 4/Wellen mit 5,9 mm Glasringen.					
86	4,3	—	0,17	31,7	76,7	94,91	17,7	
87	7,6	—	0,29	29,1	67,8	94,82	16,7	17,0
88	10,0	—	0,38	30,1	69,7	94,77	16,7	
89	10,7	—	0,41	29,0	69,6	94,93	18,6!	
90	11,4	—	0,44	32,2	73,3	95,03	19,8!	

Versuche mit Säulen von 16 cm Durchmesser.

Vorrichtung und Verfahren.

Die Vorrichtung für die Versuche mit Säulen von 16 cm Durchmesser ist in der Abbildung 10 am Schluß der Arbeit dargestellt und unterschied sich von den oben beschriebenen bei gleicher Säulenhöhe grundsätzlich nur durch die Abmessungen.

Die Blase bestand aus einem ungefähr 120 l fassenden kupfernen Kessel, welcher in einen Eisenblechofen gehängt war. Die Entnahme der Blasenproben und die Messung des Blasendruckes geschah genau wie bei den Versuchen mit den Säulen von 4 cm Durchmesser. Die glatte Säule von 16,2 cm lichter Weite bestand aus einem Zylinder von verzinktem Eisenblech. Ihr Querschnitt für die Berechnung der Dampfgeschwindigkeit war demnach 206,4 cm^2. Die Rippensäule war aus neun Weißblechzylindern zusammengelötet (lichte Weite 16,0 cm, zylindrische Höhe 15,0 cm), welche an ihrem unteren Ende unter einem Winkel von 45° konisch auf eine lichte Weite von 14,8 cm zusammengezogen worden waren. Der wirksame Querschnitt für die Berechnung der Dampfgeschwindigkeit ergab sich bei dieser Säule zu 188,7 cm^2. Im Gegensatz zu den Säulen mit 4 und 8 cm Durchmesser trugen die jetzt beschriebenen an ihrem oberen Ende keine Verschraubungen, sondern Flansche, welche dem des

Kondensators entsprachen. Der Kondensator ist in Abbildung 4 dargestellt. Er bestand aus einem kupfernen Verdichterrohr von der Weite der Säulen. Innen hingen 19 Kühlrohre, von welchen in der Abbildung nur zwei gezeichnet sind. Um diese für eine gleichmäßige Berieselung der oberen Füllkörperschicht zu verteilen, wählte ich als Grundfigur ein regelmäßiges Sechseck, welches nach Abbildung 5 in den Querschnitt gezeichnet und in 24 gleichseitige Dreiecke aufgeteilt wurde.

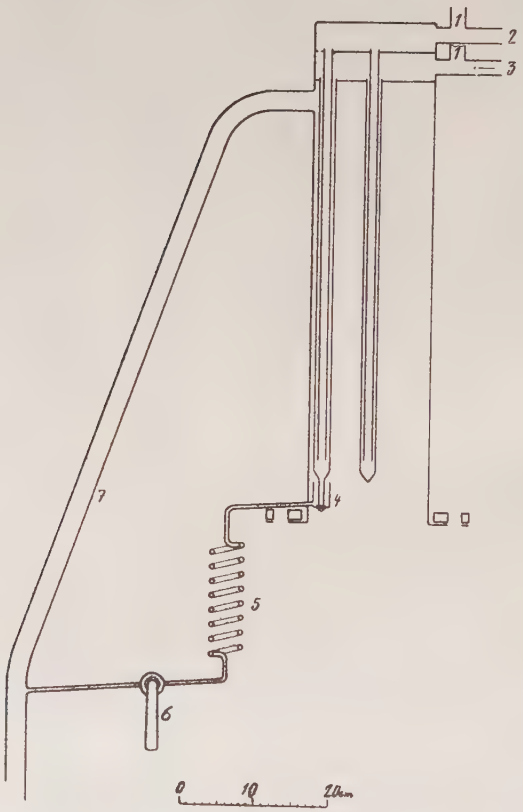

Abbildung 4.

Schnitt durch den Kondensator für die Säulen von 16 cm Durchmesser.

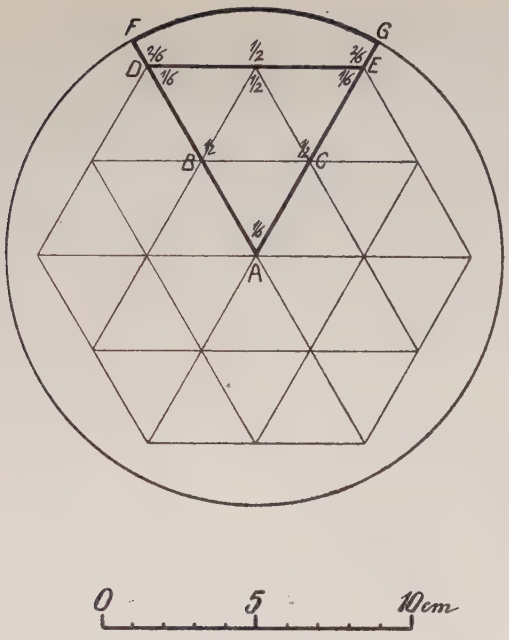

Abbildung 5.
Verteilung für flächengleiche Berieselung.

Die Kühlrohre sind orientiert durch die 19 Eckpunkte dieser Dreiecke, deren Seitenlänge einhalb Umkreisradius des Sechsecks beträgt und sich nach folgender Überlegung berechnet: Betrachtet man das Querschnitt-Sechstel AFG, so ergibt sich, daß auf das Dreieck ADE $3 \times 1/2 + 3 \times 1/6 = 2$ Kühlröhren und auf die Fläche DFGE $1/2 + 2 \times 2/6 = 7/6$ Kühlröhren entfallen. Bei einer flächengleichen Berieselung müßten sich also die Flächen ADE zu DFGE verhalten wie 2 : 7/6. Da der Radius r des Querschnitts gegeben ist, läßt sich aus dieser Beziehung die Seitenlänge x des gleichseitigen Dreiecks ABC berechnen. Der Inhalt des gleichseitigen Dreiecks ABC ist gleich

$\frac{x^2}{4}\sqrt{3}$, der des Dreiecks ADE $x^2\sqrt{3}$. Der ganze Sektor AFG hat den Inhalt $\frac{\pi r^2}{6}$ und die Fläche DFGE den Inhalt $\frac{\pi r^2}{6} - x^2\sqrt{3}$. Nach dem geforderten Inhaltsverhältnis dieser beiden Flächen ergibt sich die Gleichung:

$$\frac{\frac{\pi r^2}{6} - x^2\sqrt{3}}{x^2\sqrt{3}} = \frac{7/6}{2}.$$ Hieraus erhält man den Wert für $x = r\sqrt{\frac{2\pi}{19\sqrt{3}}}$.

Für r den Wert 8 cm eingesetzt, ergibt sich für x = 3,50 cm. Mit diesem Wert kann vom Mittelpunkt des Querschnitts ausgehend sowohl die gleichseitigen Dreiecke als auch das Sechseck zeichnen.

Das Kühlwasser floß durch den Zufluß-Stutzen (3) in den Zufluß-Boden, von wo noch vorhandene Luft durch eine kleine Öffnung in den darüberliegenden Abfluß-Boden entweichen konnte. Nach dem Durchströmen der

Kühlröhren gelangte das Wasser über den Abfluß-Boden in den Abfluß-Stutzen (2). Zu- und Abfluß-Temperatur wurden durch genaue Thermometer in den Stutzen (1) gemessen. Auf eine Vorrichtung zur Regelung des Kühlwasserstromes wurde verzichtet, da bei dem großen Durchsatz die Schwankungen unerheblich blieben. Unter einem Kühlrohr an der Wandung des Verdichterrohres war ein Auffangbecher (4) geschraubt, von dem das zu entnehmende Kondensat durch die Kühlschlange (5) in das Entlüftungsrohr (7) floß. Der Hahn (6) erlaubte eine genaue Einstellung des Rücklaufverhältnisses. Für die Berechnung der Luftkondensation ergab sich bei einer luftgekühlten Fläche von 0,3 m^2 ein Wert von 2,1 kcal/min. Da die Kondensator-Außenfläche nur bei den höchstbelasteten Versuchen in der ganzen Höhe heiß wurde, setzte ich die Hälfte dieses Wertes — also 1 kcal/min — den aus den Versuchsmessungen errechneten zu. Geheizt wurde mit einem großen Gasbrenner, welcher in dem Ofen hing. Statt eines Gasreglers erlaubte ein geneigtes und darum empfindliches Wassermanometer, den Gasdruck während des Versuchs zu beobachten und gegebenenfalls zu regeln. Als Füllkörper dienten in diesen Versuchen ausschließlich 10 mm Porzellanringe. Als Füllhöhe wurde wiederum 1,4 m eingehalten. Zur Entlastung des auf dem Kessel ruhenden Gewichts von gefüllter Säule und wassergefülltem Kondensator wurde um den oberen Teil des wärme-isolierenden Blechmantels der Säule ein Ringträger geschraubt, dessen Streben in einem Galgen hingen. Der Galgen stand durch ein Stahldrahtseil über zwei Rollen mit einem 50 kg schweren Gegengewicht in Verbindung. Die Durchführung und die Auswertung der Versuche entsprach genau den oben beschriebenen. Nur am Schluß der zweiten Versuchsreihe wurde stufenweise die Belastung so geregelt, daß sich auf jeder Stufe ein hoher konstanter Blasendruck einstellte. Es wurden im ganzen 16 Destillationsversuche ausgeführt, welche in der folgenden Tafel zusammengestellt sind.

Zusammenstellung der Versuche.

Tafel 7.

Vers. Nr.	Belastung kcal/min	Druck in der Blase mm WS	Dampfgeschwd. m/sec	Rücklauf verh. 1 zu	Gew.% Alkohol Blase	Gew.% Alkohol Destillat	Zahl d. theor. Bd. Einzelversuch	Zahl d. theor. Bd. Mittel aus d. Vers. R
Versuchsreihe 1: Säule 16/glatt mit 10 mm Porzellanringen.								
91	51	6	0,12	29,8	72,7	93,73	9,0	
92	61	6	0,14	31,5	71,9	93,62	8,6	
93	100	15	0,23	31,1	71,9	93,70	8,9	
94	150	33	0,34	30,0	71,7	93,66	8,7	8,9
95	204	62	0,47	29,9	71,5	93,69	8,9	
96	251	110	0,58	30,0	71,4	93,83	9,4	
97	285	193	0,66	31,8	71,2	94,08	10,5!	
Versuchsreihe 2: Säule 16/Rippen-15 mit 10 mm Porzellanringen.								
98	53	7	0,13	29,7	71,2	94,09	10,7	
99	105	20	0,27	31,1	71,0	93,85	9,5	
100	150	41	0,38	30,5	70,8	93,91	9,9	9,9
101	202	79	0,51	30,5	70,6	93,80	9,2	
102	253	147	0,64	29,9	70,2	94,05	10,2	
103	268	209	0,68	30,8	70,3	94,35	12,0!	
104	303	300	0,77	31,3	69,5	94,21	11,1!	
105	299	401	0,76	31,4	70,3	94,67	14,9!	
116	301	498	0,77	31,0	69,8	94,64	14,4!	

Ergebnisse der Versuche.

Einfluß der Dampfgeschwindigkeit.

Betrachtet man in den Versuchsreihen die Abhängigkeit der gleichwertigen Bodenzahl von der Dampfgeschwindigkeit, so stellt man fest, daß bei den niederen und mittleren Belastungen kaum eine regelmäßige Abhängigkeit zu erkennen ist. Dagegen steigt bei den höchsten Belastungen in fast allen Fällen die Bodenzahl erheblich an. Die Ergebnisse von zwei charakteristischen Versuchsreihen sind in Abbildung 6 wiedergegeben.

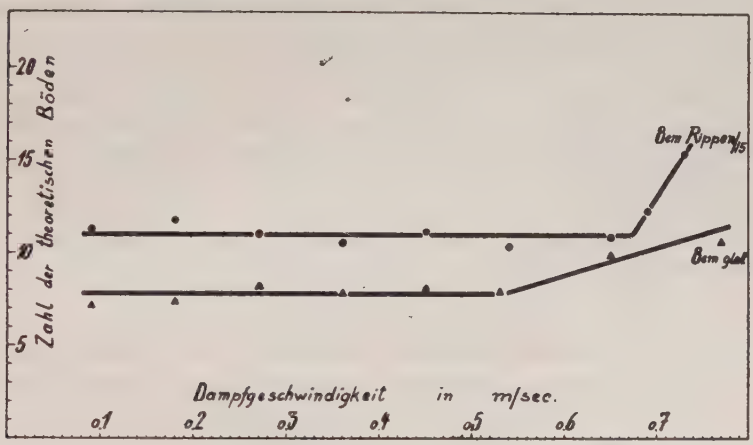

Abbildung 6.

Zahl der theoretischen Böden in Abhängigkeit von der Dampfgeschwindigkeit für die Säulen 8/glatt und 8/Rippen-15.

Man sieht, daß bei den niederen und mittleren Dampfgeschwindigkeiten die gleichwertigen Bodenzahlen regellos um einen mittleren Wert liegen, daß aber bei den höchsten Dampfgeschwindigkeiten ein erheblicher Anstieg statthat. Es sind also offenbar zwei Bereiche verschiedener Abhängigkeit vorhanden, deren Grenzen für die Ringe von 10 mm Durchmesser bei ungefähr 0,55 m/sec Dampfgeschwindigkeit und bei ungefähr 150 mm WS. Blasendruck, bei den Ringen von ca. 5 mm Durchmesser bei ungefähr 0,3 m/sec Dampfgeschwindigkeit liegen. Leider läßt sich der wirksamere Zustand oberhalb dieser Grenze so schwer meistern, daß man ihn besser vermeidet. Er soll deshalb erst an zweiter Stelle besprochen werden. Vergleicht man im normalen Bereich in einer größeren Zahl von Versuchsreihen nach den Tafeln 5, 6 und 7 die Abhängigkeit der Bodenzahl von der Dampfgeschwindigkeit, so erkennt man, daß im allgemeinen die Bodenzahl mit der Dampfgeschwindigkeit etwas wächst. Dieser Zuwachs ist hier allerdings nicht groß und liegt in der einzelnen Reihe innerhalb der Fehlergrenze der Versuche. Nur in einer größeren Zahl von Versuchsreihen läßt er sich feststellen. Im Durchschnitt aller meiner Versuche war die Bodenzahl an der oberen Grenze des normalen Bereiches derjenigen bei niedrigster Dampfgeschwindigkeit um 5,4% überlegen.

In der Literatur ist die Abhängigkeit von der Dampfgeschwindigkeit häufig besprochen. *Jantzen* [7] fand ebenfalls eine geringe Abhängigkeit der Bodenzahl von der Belastung, zum Teil in derselben Richtung wie die in meinen Versuchen bevorzugte, zum Teil aber auch in umgekehrter. *Fischer* [13] fand, daß mit steigender Dampfgeschwindigkeit die Bodenzahl wuchs. Auch *Thormann* [2] ist der Ansicht, daß eine hohe Dampfgeschwindigkeit bei den Füllkörpersäulen eine größere Anreicherung zur Folge habe. *Leslie* und *Geniesse* [20], *Marshall* und *Sutherland* [21], *Hill* und *Ferris* [22] sowie *Gadwa* [23] fanden die Bodenzahlen ihrer allerdings sehr engen und auch kurzen (Labor-) Säulen wenig oder völlig unabhängig von der Dampfgeschwindigkeit. Nur *Calingaert* und *Huggins* [24] stellten eine abnehmende Bodenzahl mit zunehmender Belastung fest, was durch die besondere Art der Füllkörper und des verwandten Gemisches bedingt sein mag (9—16 mm Kokksstücke, Ammoniakwasser). Im Gegensatz zu allen anderen Autoren geben *Kirschbaum* und *Weimann* [8 und 9] an, daß die Füllkörpersäulen eine optimale Dampfgeschwindigkeit besitzen, daß also bei niederer und höherer Dampfgeschwindigkeit die Wirkung geringer sei. Indessen ist ihre Beweisführung meines Erachtens nicht überzeugend. Denn erstens zeigen die Versuchswerte *Weimanns* nicht in allen Fällen eine optimale Dampfgeschwindigkeit, zweitens sind in den anderen Fällen die Optima nicht so klar ausgeprägt, daß man sie nicht durch Versuchsstreuungen erklären könnte, und drittens sind die Autoren mit den Dampfgeschwindigkeiten nur wenig über das vermeintliche Optimum hinausgegangen und haben so den Beweis verfehlt, daß bei wesentlich höheren Dampfgeschwindigkeiten die Wirkung tatsächlich wieder sinkt. Während *Kirschbaum* und *Weimann* einen Bereich von 0,15 bis 0,4 m/sec durchgemessen haben, fand ich in dem Bereich von 0,1 bis 0,7 m/sec jedenfalls keine optimale Dampfgeschwindigkeit.

Wie schon erwähnt, ist die Wirkung der Säule in dem Bereich der Überlastung stark abhängig von der Dampfgeschwindigkeit. Mit steigender Belastung der Säule nimmt die Flüssigkeitsmenge in der Säule zunächst etwa proportional zu. Wenn nun die Flüssigkeitsmenge so groß wird, daß sie einen wesentlichen Teil des Säulenraumes beansprucht, so verengt sie den Säulenquerschnitt und steigert dadurch die Dampfgeschwindigkeit. Hierdurch wird wiederum mehr Flüssigkeit zurückgehalten. Bei weiterer geringer Steigerung der Belastung wird ein Zustand eintreten, in dem die Säule derart mit Flüssigkeit gefüllt ist, daß diese durch den emporsteigenden Dampf oben aus der Säule geschleudert wird. Während in dem normalen Belastungsbereich die Oberfläche der Füllkörper nur zu einem geringen Teil von Flüssigkeit berieselt ist, wird in dem Bereich der Überlastung die Berieselung weit kräftiger sein, und die bessere Wirkung in diesem Bereich ist als Folge dieser besseren Berieselung anzusehen. Die höchste Wirkung wird wahrscheinlich bei der stärksten Berieselung, d. h. unmittelbar unter dem Punkt, in welchem die Flüssigkeit herausgeschleudert wird, auftreten. Um diese Überlegung zu prüfen, wurde in einer Versuchsreihe die Belastung stufenweise so gesteigert, daß der Blasendruck von Stufe zu Stufe erheblich stieg, aber auf ihr konstant blieb. Die Belastung wurde solange gesteigert, bis das Füllmaterial in dem oberen Teil der Säule in Bewegung geriet. (Vgl. die Versuche an der Säule 16/Rippen-15 Nr. 103—106.) Offensichtlich wächst mit zunehmender Überlastung die Wirkung, wenn diese Zunahme auch wegen der Streuung der Ergebnisse nicht regelmäßig ist. Bezogen auf die durchschnittliche Bodenzahl

im normalen Belastungsbereich betrug die maximale Wirkung 151%. Bemerkenswert in dieser Versuchsreihe ist, daß bei praktisch gleichbleibender Belastung in kcal/min der Blasendruck rasch stark ansteigt. Darin liegt auch die Schwierigkeit, diesen wirksamen Bereich praktisch zu verwenden. Ein geringes Mehr oder Weniger in der Heizung stört empfindlich das Gleichgewicht in der Säule und hat eine starke Abhängigkeit der Wirkung von Belastungsschwankungen zur Folge. Wenn es gelänge, diesen Zustand zu meistern, würde man wesentlich schärfer und mit ungewöhnlich großen Leistungen fraktionieren können. Auch in anderen Versuchsreihen habe ich diesen Effekt beobachtet, ohne ihn allerdings systematisch zu untersuchen. Folgende Tafel bringt einige andere Versuche, bei denen ebenfalls mit hohen Blasendrücken gearbeitet und bei welchen auch besonders hohe Anstiege der Bodenzahlen gefunden wurden.

Tafel 8.

Vers. Nr.	Blasendruck	Dampfgeschw.	Wirkung bezogen auf die bei normaler Belastung
7 und 8	135 bis 208	ca. 0,67	133%
23 „ 24	145 „ 173	„ 0,75	141%
32 „ 33	197 „ 199	„ 0,64	131%
41 „ 42	181 „ 525	„ 0,67	126%
74	?	„ 0,35	156%

Einfluß der Füllkörper.

Von den vier Füllkörperarten: Glasringe ∅ 5,9 mm, Kupfer-Prymringe ∅ 6 mm, Porzellan-Raschigringe ∅ 10 mm und Eisendraht-Spiralringe ∅ 6,6 mm, zeigten die beiden ersten stets bessere Wirkungen als die Porzellanringe. Die Überlegenheit ist in den glatten Säulen etwa umgekehrt proportional dem Durchmesser und gehorcht somit ungefähr der Regel von *Peters* [4].

Tafel 9.

Säule 4/glatt.	Füllkörper:	5,9 mm Glasringe, 10 mm Porzellanringe.
	Verhältnis der ∅:	0,59.
	umgekehrtes Verh. d. theor. Bd:	0,61.
Säule 8/glatt.	Füllkörper:	6 mm Prymringe, 10 mm Porzellanringe.
	Verhältnis der ∅:	0,60.
	umgekehrtes Verh. d. theor. Bd:	0,63.

Die Spiralringe, von denen man auf Grund der vorhandenen Angaben eine gute Wirkung erwarten durfte, enttäuschten. Sie waren nicht nur viel weniger wirksam als die gleich großen Prymringe, sondern auch noch schlechter als die Porzellanringe von größerem Durchmesser:

Tafel 10.

Säule 8/Rippen-15.	6 mm Prymringe	14,1 theor. Bd.
	10 mm Raschigringe	11,0 „ „
	6,6 mm Spiralringe	8,3 „ „

Da die Spiralkörper bei gleicher Säulenhöhe wesentlich schlechter wirken als Ringe, kommen sie für eine praktische Verwendung viel weniger in Frage.

Einfluß der Säulenbauart.

Ordnet man die Ergebnisse der Versuchsreihen nach dem Einfluß der Wandformen, so erhält man im normalen Belastungsbereich folgendes Bild der Wirkung bezogen auf die glatte Säule gleich 100.

Tafel 11.

Porzellanringe	8/glatt	100	
	8/Wellen	113	(135)
	8/Rippen-5	131	
	8/Rippen-15	141	
Prymringe	8/Rippen-15	115	
Glasringe	4/glatt	100	
	4/Wellen	108	
Porzellanringe	4/Wellen	108	
Porzellanringe	16/glatt	100	
	16/Rippen-15	111	

In den Versuchsreihen mit den Säulen von 8 cm Durchmesser war die Wandform in der Reihenfolge geändert worden, wie die Versuche in der Tafel 11 aufgeführt sind. Jede Entwicklungsstufe brachte einen Fortschritt. In der Tafel erscheint die Wirkung der Wellensäule mit 113% der von der glatten. Dieser Durchschnittswert aus dem ganzen normalen Bereich zeigt die praktische Überlegenheit der Wellensäule nicht in vollem Umfang. Denn die Durchschnittszahl ist stark gedrückt durch die ausgesprochen schlechte Wirkung der Wellensäule bei niedrigen Belastungen, die praktisch kaum in Frage kommen. Man wird im allgemeinen eine Säule so hoch belasten, daß sie in der Zeiteinheit möglichst viel Produkt gibt und wird unter dem höchsten überhaupt möglichen Durchsatz nur so weit bleiben, daß nicht durch Schwankungen in der Beheizung möglicherweise Flüssigkeit herausgeschleudert wird. Man wird also eine Säule im allgemeinen mit etwa drei Vierteln der maximalen Belastung fahren. Vergleicht man nun die Wirkung der glatten mit der der Wellensäule bei dieser Belastung (Versuch Nr. 6 mit Nr. 20), so zeigt sich, daß die Wirkung der Wellensäule 135% der der glatten ist. Die schlechte Leistung der Wellensäule bei niedriger Belastung ist wahrscheinlich darauf zurückzuführen, daß hierbei der Rückfluß in verhältnismäßig großer Menge außerhalb des Dampfstromes in den Spiralfurchen der Wand nach unten geleitet wird und so nicht in genügende Berührung mit dem Dampfstrom gerät. Erst bei höheren Belastungen überwiegt die Wirkung der Wellenform die der Spirale. Diese Annahme wird gestützt durch die unten angeführten Rieselversuche. Als noch besser erwiesen sich die Rippensäulen.

Über die Wahl des Rippenabstandes sei hier noch folgendes nachgetragen: Um zunächst ein ungefähres Urteil über den günstigsten senkrechten Abstand der Rippen zu gewinnen, war ein hoher senkrechter Kasten, dessen eine Wand aus Glas bestand und mit Rippen in verschiedenen Abständen versehen werden konnte, mit Porzellanringen gefüllt und mit Wasser berieselt worden. Hierbei hatte sich ergeben, daß für die Rippenbreite von 0,5 cm (senkrecht zur Wand gemessen) bei Rippenabständen unter 5 cm keine Flüssigkeit an die Wand gelangte. Daraufhin wurde die Säule 8/Rippen-5 gebaut und auf ihre Wirkung untersucht.

Die Säule 8/Rippen-5 zeigte sich fast belastungsunabhängig und ihre Wirkung im normalen Belastungsbereich war durchschnittlich 131% der der glatten Säule.

Zwei Gründe haben mich veranlaßt, einen noch größeren Abstand der Rippen zu untersuchen. Erstens lassen sich Säulen mit größeren Rippenabständen leichter bauen, und zweitens erschien es möglich, daß eine mäßige Benetzung der Wand die Wirkung der Säule noch weiter steigern würde.

Die Säule 8/Rippen-15 erwies sich als die beste der untersuchten Formen. Sie ist im normalen Belastungsbereich unabhängig von der Belastung und liegt in ihrer Wirkung um 41% höher als der Durchschnitt der glatten Säule.

Man darf wohl nicht annehmen, daß der ziemlich willkürlich gewählte Rippenabstand von 15 cm der günstigste ist. Faßt man meine glatte Säule als eine Rippensäule mit 140 cm Rippenabstand auf und trägt in einem Diagramm die Wirkungen der zwei Rippensäulen und die der glatten Säule in Abhängigkeit zum Rippenabstand auf, so führt der Versuch, eine wahrscheinliche Kurve durch die drei Punkte zu legen, zu einem Optimum der Wirkung bei mehr als 15 cm Rippenabstand. Dieser größere Abstand würde auch deshalb vorteilhaft sein, weil sich mit ihm technische Säulen, die ja das Ziel der Arbeit sind, leichter bauen lassen. Versuche, die günstigste Breite und den günstigsten Abstand der Rippen zu ermitteln, werden deshalb nach Abschluß dieser Arbeit durchgeführt.

Bei den Versuchsreihen mit Prymringen in den 8-cm-Säulen ist die Überlegenheit der Rippensäulen nicht so groß wie bei einer Verwendung von Porzellanringen. Dies mag daran liegen, daß der Rippenabstand nicht zu diesem kleinen Material paßt. Es könnte auch sein, daß die kleineren dünnwandigen Füllkörper schon in der glatten Säule weniger Wandfluß zur Folge haben, und daß deshalb durch die Rippen nicht soviel zu gewinnen ist. Schließlich ist es sicher, daß die Überlegenheit der Rippensäule hier deshalb nicht voll zum Ausdruck kommt, weil die Anreicherung wegen der besseren Wirkung des Materials sowohl in der glatten als auch in der Rippensäule bis in einen Konzentrationsbereich hinein erfolgt, in dem erfahrungsgemäß mehr Säulenhöhe für einen theoretischen Boden erforderlich ist.

In den Versuchen mit den 4-cm-Säulen zeigt sich die Wellenform der glatten Säule etwas überlegen. Die Rippenform wurde nicht untersucht, da der Durchmesser im Verhältnis zur notwendigen Rippenbreite zu gering erschien.

Auch bei den Säulen mit 16 cm Durchmesser erweist sich die Rippenform wieder überlegen, wenn auch die Größe der Überlegenheit geringer ist als bei den 8-cm-Säulen. Wie unten durch die Rieselversuche noch näher gezeigt werden wird, ist sehr wahrscheinlich der Abstand der Rippen von 15 cm hier zu kurz gewesen. Ich habe darauf verzichtet, dem optimalen Abstand näher zu kommen, weil bei den Säulen von 16 cm Durchmesser das Verhältnis von Höhe zu Weite für meine Messungen ungünstig geworden war; denn die Verteilung der Flüssigkeit auf Füllkörperraum und Wand kam, wie die Rieselversuche beweisen, noch nicht ins Gleichgewicht. Deshalb können die Rippen, die ja nur dadurch wirken, daß sie das Flüssigkeitsgleichgewicht zwischen Füllkörperraum und Wand beeinflussen, hier nicht ihren vollen Effekt zeigen. Auch bei den Säulen von 8 cm Durchmesser zeigen sie wohl nicht ganz, was sie zu leisten vermögen. Denn in diesen Säulen bestand, wie die Rieselversuche erkennen lassen, erst im unteren Drittel das Flüssigkeitsgleichgewicht zwischen Wand und Füllkörperraum.

Für die Besprechung des Einflusses der Säulenweite werden die Ergebnisse der Rieselversuche gebraucht, deren Darstellung deshalb vorweggenommen wird.

Rieselversuche.

Versuche an Säulen mit 8 cm Durchmesser.

Vorrichtung und Verfahren.

Die Vorrichtung für die Rieselversuche bestand aus der mit Porzellanringen gefüllten Säule (Füllhöhe 1,4 m), Abbildung 7 A/[11].

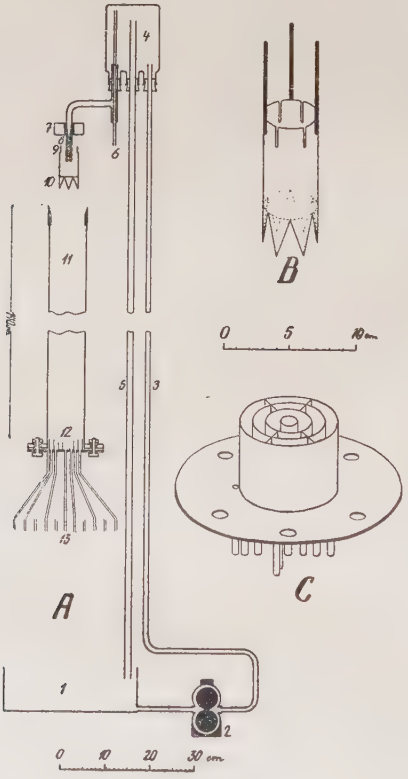

Abbildung 7.
Schnitt durch die Rieselvorrichtung der Säule 8/glatt.

Die Säule war unten durch einen Flansch (A/[12]) verschlossen, auf den vier konzentrische Ringe gelötet waren (Abbildung 7 C). Die beiden äußeren Ringe waren radial vierfach unterteilt, um einerseits erkennen zu können, ob sich der Flüssigkeitsstrom konzentrisch um die Rohrachse ausbildet und um andererseits festzustellen, welche kleinste Auffangefläche man betrachten darf, wenn man ein von Zufälligkeiten freies Bild der Verteilung erhalten will. In diesem Ringsystem wurde die aus der Säule herabrieselnde Flüssigkeit aufgefangen und durch dünne Kupferrohre (A/[13]) von 3×5 mm Durchmesser nach einer Sammelwanne (A/[1]) abgeleitet. Aus der Wanne wurde die Flüssigkeit durch eine regelbare Zahnradpumpe (A/[2]) in ein Überlaufgefäß (A/[4]) gehoben, in welchem ein Überlaufrohr (A/[5]) für einen konstanten Flüssigkeitsspiegel sorgte. Es leitete die Flüssigkeitsmenge, welche zuviel gefördert wurde, in die Wanne zurück. Ein Entlüftungsrohr (A/[6]) diente zum Druckausgleich mit der Atmosphäre. Die für die Berieselung bestimmte Flüssigkeitsmenge floß durch ein T-Rohr der Glasdüse (A/[8]) zu, deren Weite für jeden Rieselversuch ausgewählt wurde. Aus der Düse strömte die Flüssigkeit in den Verteiler (A/[9], [10] und B). Er war durch einen Boden getrennt in einen becherförmigen Oberteil, der am oberen Rande sechs Schlitze von 1,5 cm Höhe und 0,15 cm Breite aufwies (A/[9]) und in eine nach unten gerichtete sechszackige Krone (A/[10]), von deren Spitzen die Flüssigkeit in die Säule rieselte. Durch die Schlitze wurde die Flüssigkeit gleichmäßig den sechs Zacken zugeführt. Der Becher war mit einem Gestänge so an einem Holzring (A/[7]) befestigt, daß er genau parallel und zentrisch zur Säulenachse hing. Der Verteiler wurde in einigen Versuchen oberhalb der Säule angebracht, so wie er abgebildet ist. In anderen Versuchsreihen, in denen die Säule nur zu ein oder zwei Dritteln mit Ringen gefüllt war, wurde er in die Säule bis 4 cm über die Füllkörper gesenkt. Die Zentrierung zur Säulenachse geschah in diesen Fällen einerseits durch Federspangen, die sich an dem Holzring (A/[7]) befanden, andererseits durch einen zweiten Holzring, der im Säulenkopf saß und mit dem Ring (A/[7]) durch ein gerades und zentrisches Glasrohr verbunden war. Die Flüssigkeit strömte dann aus der Düse (A/[8]) in dieses Glasrohr und weiter in den Verteilungsbecher. Neben diesem „normalen" Verteiler wurde in den ganz gefüllten Säulen während einiger Versuchsreihen „zentral" zugeführt, das heißt, die Flüssigkeit floß aus der zentrierten Düse direkt auf die oberste Schicht der Füllkörper. Umgekehrt wurde in anderen Versuchsreihen die Flüssigkeit von den Spitzen der Zackenkrone über Blechrinnen an die Wand des Säulenkopfes geleitet: „Wandverteiler". Für den Versuch wurden ca. 5 l 75 Gew.%iger Alkohol in die Wanne gefüllt. Nachdem die Zahnradpumpe in Gang gesetzt worden war, wurden zunächst die Düsen ausprobiert. Ausgewählt wurden für die Säulen von 8 cm Durchmesser Düsen mit folgenden durchschnittlichen Durchsatzmengen in cm^3/min: 70, 170, 340, 600. Diese Mengen stellten den Bereich dar, in dem bei den Destillationsversuchen die Rücklaufmengen wechselten. Nach dem Einsetzen der passenden Düse wurde die Säule zum Einlaufen eine halbe Stunde in Betrieb gehalten. Diese Zeit genügte, wie ich feststellte, um den Beharrungszustand zu erreichen. Jetzt wurden viermal in Abständen von 15 Minuten durch gleichzeitig untergeschobene Weithalsflaschen die Abläufe aus den 11 Ableitungsrohren aufgefangen und ihre Volumina gemessen. Als Beispiel sei ein Rieselversuch angegeben. In der Tafel 12 ist der innerste Ring des Auffangeflansches mit 1, der folgende mit 2, die Viertel der beiden nächsten Ringe mit 3a bis 3d und

4a bis 4d und schließlich die äußerste Zone, die gebildet wurde von dem äußersten Ring und der Säulenwand, mit 5 bezeichnet.

Tafel 12.

Säule 8/Rippen-15; ganz gefüllt mit Porzellanringen Ø 10 mm; Wandverteiler; Düse 600.

Ring Nr.	Fläche in cm^2	0	15 min	30 min	45 min	Durchschnitt
		cm^3/min				
1	1,54	14,5	15	18	16	15,9
2	7,54	125	130	130	125	127,5
3a		54,5	56	55	54,5	
3b	12,82	35	35,5	36,5	36	117,1
3c		15,5	15	15	16	
3d		11	11	11	11,5	
4a		83	79	79	80	
4b	18,95	67	68	65,5	65,5	224,0
4c		46	47	47	49	
4d		30	30	30,5	29,5	
5	11,96	120	120	115	120	118,8
1 bis 5	52,81	601	606,5	602,5	603	603,3

In der Tabelle sieht man, daß die Verteilung der Flüssigkeit auf die Viertel des Ringes 3 und ebenso des Ringes 4 keineswegs gleichmäßig ist. Die Ursache liegt darin, daß nur wenige Füllkörper über jedem Viertel liegen und daß durch zufällig günstige oder ungünstige Lagerung dieser wenigen Füllkörper große Verschiedenheiten im Zufluß auftreten. Ich konnte den Einfluß zufälliger örtlicher Berieselung auch daran erkennen, daß mitunter während eines im ganzen völlig gleichmäßig betriebenen Versuchs einzelne Auffangeflächen plötzlich viel weniger Flüssigkeit erhielten, und daß ein entsprechendes Mehr an Flüssigkeit an einer benachbarten oder gar übernächsten Auffangefläche erschien. Offenbar hatte hier ein Flüssigkeitsstrang seinen Weg gewechselt. Es hat also keinen Zweck, die kleinen Auffangeflächen einzeln zu betrachten, denn sie liefern keine klare Erkenntnis über die Verteilung in der Säule. Selbst ein ganzer Versuch, wie der in Tafel 12 dargestellte, gibt nur ein grobes und unzuverlässiges Bild von der Verteilung der Flüssigkeit. Nimmt man die Füllkörper aus der Säule und schüttet sie neu ein, so erhält man ein anderes, etwas abweichendes Bild, zum Beispiel:

Tafel 13.

Säule 8/Rippen-5; ganz gefüllt mit Porzellanringen von 10 mm; normaler Verteiler.

Schüttung	cm^3/min			
	Gesamtdurchfluß	Einzeldurchfluß		
		Ringzone 1—3	Ringzone 4	Ringzone 5
a	63,1	44,4	18,7	0
b	66,8	44,0	20,2	2,6
a	163,5	124,6	37,2	1,7
b	172,3	88,9	76,7	6,7
a	323,6	253,6	66,4	3,6
b	330,7	144,0	180,0	6,4

Man sieht, daß die Schüttung a und die Schüttung b, die in gleicher Weise vorgenommen wurden, zum Teil recht verschiedene Flüssigkeitsverteilungen ergeben haben. Der einzelne Versuch kann also nur die Richtung weisen, nicht aber feinere Unterschiede zeigen. Man darf aus den Reihen dieser Beispiele schließen, daß in der Säule 8/Rippen-5 die Wand viel weniger Flüssigkeit bekommen hat als die Säulenmitte. Man kann aber kaum erkennen, ob den Ringgruppen 1—3 oder der Ringzone 4 mehr Flüssigkeit zugeströmt ist. Will man solche Einzelheiten erfahren, so muß man den Durchschnittswert aus vielen Versuchen nehmen. Wegen der großen Zahl der angestellten Versuche (92 Rieselversuche mit über 4000 Volumenmessungen) und wegen des geringen Wertes des Einzelversuches beschränke ich mich im folgenden darauf, die gemittelten Ergebnisse zu zeigen.

Versuchsergebnisse.

Betrachtet man die Wege, welche ein Flüssigkeitsstrom durch eine Füllkörpersäule abwärts nehmen kann, so sind, wie oben bereits erwähnt, zwei grundsätzlich verschiedene vorhanden: der durch die Füllkörper und der an der Wand entlang. Ein Flüssigkeitsstrahl, der mitten auf die obere Füllkörperschicht trifft, wird sich in den Körpern etwa kegelig ausbreiten. Ein Teil der Flüssigkeit wird der Wand zuströmen und an dieser herabfließen. Andererseits werden passend liegende Füllkörper wieder Flüssigkeit von der Wand abschälen und in die Körper zurückleiten. Nach einer genügenden Säulenhöhe wird das Ergebnis ein bestimmter Wandfluß sein, der im Gleichgewicht steht mit einem bestimmten Fluß in der Füllkörperschicht. Dieser Zustand wird im folgenden „Endzustand" genannt. Wenn die Füllkörper regelmäßig gelagert wären, würde man mit einer weitgehend gleichmäßigen Flüssigkeitsverteilung innerhalb der Füllkörperschicht zu rechnen haben. Bei eingeschütteten Körpern ist dieses nicht zu erwarten, weil durch die unregelmäßigen Lagerungen bevorzugte Bahnen entstehen müssen. Wenn man aber einen hinreichend großen Querschnitt durch die Säule oder den Durchschnitt von vielen kleineren Querschnitten betrachtet, so müßte die Verteilung doch wieder angenähert gleichmäßig sein*.

Würde man die Geschwindigkeit der Flüssigkeitsströme in einer solchen Säule zeichnerisch so darstellen, daß man als Abszisse den Säulenhalbmesser und als Ordinate die in der Sekunde je Querschnittseinheit herabrieselnde Flüssigkeitsmenge aufträgt, so würde man das Bild in der Abbildung 8/[1] erhalten.

Will man die Verteilung der Flüssigkeit in verschiedenen Säulen miteinander vergleichen, so muß man Querschnitte betrachten, in denen die Flüssigkeitsverteilung ihren Endzustand erreicht hat. Der Vergleich von Querschnitten, die in der Anlaufstrecke zu diesem Endzustand liegen, kann zu Irrtümern führen. Daher habe ich zunächst festgestellt, nach welcher Anlaufstrecke, das heißt, in welcher Säulenhöhe die Flüssigkeitsverteilung in der Füllkörperschicht gleichmäßig geworden ist. Zu diesem Zweck wurden bei allen untersuchten

* Diese Betrachtung setzt streng genommen voraus, daß bei der Schüttung der gesamten Füllkörperschicht die gleichen Richtungskräfte gewirkt haben. Praktisch ist dieses nie der Fall, denn überall dort, wo Füllkörper an Wänden liegen, werden sie überwiegend von der Wand ausgerichtet. In der Mitte der Füllkörperschicht dagegen richtet ein Körper den anderen. Wegen der verschiedenen Lagerung der Ringe an der Wand und in der Mitte wird das Idealbild nicht ganz zutreffen.

Säulen von 8 cm Durchmesser je 16 Rieselversuche mit der vollen Füllkörperhöhe, mit einem und mit zwei Dritteln davon durchgeführt. Dann wurden die durchschnittlichen Geschwindigkeiten der Rieselflüssigkeit in der Ringzone 1—3, in der Ringzone 4 und in der Ringzone 5 berechnet. Nachdem die Werte der ganz gefüllten Säule gleich 100 gesetzt waren, ergab sich folgendes Bild:

Tafel 14.

Durchschnittliche Geschwindigkeit der Flüssigkeit in den Ringzonen bei verschiedenen Füllhöhen.

Füllhöhe	Ringzone 1—3	Ringzone 4	Ringzone 5
ein Drittel . . .	119	103	87
zwei Drittel . .	111	103	92
drei Drittel . .	100	100	100

Man erkennt in dieser Tafel eine Entwicklung. Der Mittelfluß in den Ringzonen 1—3 ist bei geringer Füllhöhe deutlich größer als bei der höchsten. Der Fluß in der Wandzone (Ringzone 5) verhält sich umgekehrt. Das heißt mit Sicherheit, daß bei zwei Dritteln Füllhöhe der Endzustand noch nicht ganz erreicht war. Um zu klären, ob die ganze Säulenlänge genügte, um den Endzustand herbeizuführen, habe ich an der ganz gefüllten Säule die Berieselung an der Säulenspitze einmal durch einen zentralen Strahl und ein anderes Mal nur auf die Wand verteilt vorgenommen. Bezogen auf den zentralen Einlauf gleich 100 und im übrigen so dargestellt wie oben, war das Ergebnis:

Tafel 15.

Zufluß	Ringzone 1—3	Ringzone 4	Ringzone 5
zentral	100	100	100
Wand-	101	96	102

Man sieht, daß nach einer Füllhöhe von 1,4 m der Zustand von beiden Richtungen herkommend gleich, das heißt, daß der Endzustand erreicht ist.

Einfluß des Durchsatzes.

Es ist nicht gleichgültig, bei welchem Flüssigkeitsdurchsatz man die Säulen miteinander vergleicht. Allgemein war, wie sich zeigte, bei geringen Flüssigkeitsdurchsätzen der Wandfluß relativ stärker. Das ist auch verständlich, denn die abschälende Wirkung der Ringe auf die an der Wand herabrieselnde Flüssigkeit wird um so besser sein, je stärker diese Flüssigkeitsschicht ist. Je 24 Einzelversuche an den ganz gefüllten Säulen ergaben folgende Mittelwerte, bezogen auf den Fluß in der mittleren Ringgruppe gleich 100:

Tafel 16.

Durchschnittliche Geschwindigkeit der Flüssigkeit in den Ringzonen bei verschiedenen Durchsätzen.

Durchsatz	Ringzone 1—3	Ringzone 4	Ringzone 5
ca. 120 cm^3/min .	100	77	166
ca. 470 cm^3/min .	100	80	116

Man sieht klar, daß bei dem geringen Durchsatz die Wandzone (Ringzone 5) relativ viel mehr Flüssigkeit führt als bei dem höheren. Im Zusammenhang mit der gleichmäßigeren Flüssigkeitsverteilung bei hohem Durchsatz sei hier daran erinnert, daß bei den oben dargestellten Destillationsversuchen die Wirkung der Säulen mit wachsender Belastung im allgemeinen, wenn auch nur wenig, anstieg. Man kann allerdings bei der geringen Höhe meiner Säulen nicht erwarten, daß die im Endzustand bessere Flüssigkeitsverteilung bei starken Belastungen sich in entsprechend besseren Destillationsergebnissen ausdrückt, denn der Endzustand stellt sich erst nicht weit vom unteren Säulenende ein. Diese bei meinen Versuchen allgemeine Erscheinung des hohen Wandflusses bei niedrigen Durchsätzen zeigt sich bei den glatten Säulen viel mehr als bei den Rippensäulen.

Einfluß der Wandform.

Die vier ganz gefüllten Säulen von 8 cm Durchmesser, nämlich die glatte Säule, die Wellensäule, die Rippen-5 und die Rippen-15 ergaben beim Berieseln durchaus verschiedene Bilder. In der Abbildung 8 sind als Abszissen die Halbmesser der Säulen, als Ordinaten die Geschwindigkeiten der Flüssigkeitsströme aufgetragen. Die gekennzeichneten Punkte in den Diagrammen sind Mittelwerte aus je 12 Einzelversuchen. Man sieht in der Abbildung 8/[2]

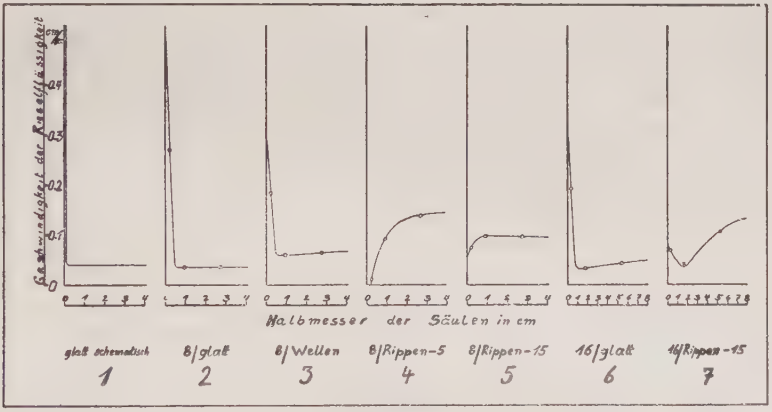

Abbildung 8.

Sekundenkörper für die Rieselversuche an den ganz gefüllten Säulen von 8 und 16 cm Durchmesser.

für die glatte Säule den sehr starken Wandfluß und den geringen, aber recht gleichmäßigen Mittelfluß. In der Wellensäule hat der Wandfluß gegenüber der glatten Säule abgenommen, und der Mittelfluß ist etwas stärker geworden. Die Rippensäule-5 als nächste Entwicklungsstufe hat zuviel Mittelfluß und praktisch keine Strömung an der Wand. Weil bei der Rippen-5 über das Ziel hinausgeschossen war, wurde der Rippenabstand auf 15 cm vergrößert. Diese Säule 8/Rippen-15 zeigt unter den untersuchten die ausgeglichenste Flüssigkeitsverteilung. Jedoch läßt das Schaubild erkennen, daß der Wandfluß noch nicht ganz genügt, und daß bei sorgfältigerer Abstufung der Rippenabstände ein noch besserer Ausgleich erzielt werden kann. Es wird wahrscheinlich

günstig sein, den Wandfluß etwas höher zu halten als den Mittelfluß, denn in der Wandzone steht als Oberfläche nicht nur die der Füllkörper, sondern auch die der Wand selbst zur Verfügung. Es sei daran erinnert, daß die Säule 8/Rippen-15 auch bei den Destillationsversuchen mit Abstand die beste von den untersuchten war. Es ist wahrscheinlich, daß bei noch sorgfältigerer Abstufung der Rippenabstände auch die Wirkung bei der Destillation steigen wird.

Die Rippensäule-15 zeigt nicht nur im Durchschnitt eine gleichmäßigere Verteilung der Flüssigkeit als die glatte Säule, sondern auch eine wesentlich geringere Abhängigkeit von dem Flüssigkeitsdurchsatz. Durchschnittswerte aus je 6 Einzelversuchen zeigt die folgende Tafel, bezogen auf die Geschwindigkeit in den Ringgruppen 1—3 gleich 100.

Tafel 17.

Durchschnittliche Geschwindigkeit der Flüssigkeit in den Ringzonen bei verschiedenen Durchsätzen in verschiedenen Säulen.

Säule	Durchsatz	Ringzone 1—3	Ringzone 4	Ringzone 5
glatt	ca. 120 cm^3/min	100	142	1850
„	„ 470 „	100	94	620
R-15	„ 120 „	100	104	89
„	„ 470 „	100	101	75

Wie man sieht, geht die relative Geschwindigkeit der Flüssigkeit in der Wandzone (Ringzone 5) der glatten Säule bei der Erhöhung des Durchsatzes auf ungefähr ein Drittel zurück, während sie bei der Rippensäule nur auf ungefähr fünf Sechstel sinkt. Daher ist auch für die Destillationen zu erwarten, daß die Rippensäulen eine geringere Abhängigkeit von der Belastung zeigen.

Es wurde eingangs berechnet, daß eine mit 10 mm Porzellanringen gefüllte glatte Säule von 8,2 cm Durchmesser einen oberflächengleichen Wandfluß von ungefähr 9% des gesamten Durchsatzes aufweisen müßte. Den angenäherten prozentualen Wandfluß, wie ihn die Säule 8/glatt tatsächlich zeigt, kann man auch aus den Rieselversuchen berechnen. Nach der Abbildung 8/[2] ist in der glatten Säule die Geschwindigkeit der Flüssigkeit über den ganzen Säulenquerschnitt bis unmittelbar vor der Wandzone ungefähr gleich. Wenn man die unbekannte, aber sicher geringe Schichtdicke des Wandflusses vernachlässigt, kann man die Flüssigkeitsmenge für den Teil der Ringzone 5 berechnen, welcher nicht von dem Wandfluß berührt wird. Diese Flüssigkeitsmenge ergibt sich als Produkt aus der Geschwindigkeit in der Ringzone 4 und der Fläche der Ringzone 5. Die Differenz zwischen der gemessenen und der berechneten Flüssigkeitsmenge für die Ringzone 5 stellt angenähert den Wandfluß dar. Dieser Wandfluß beträgt für die Säule 8/glatt als Durchschnitt aus allen Durchsätzen und allen Verteilervorrichtungen (insgesamt 12 Einzelversuche) bezogen auf den Gesamtdurchsatz ca. 68%. Dieser Wert ist keineswegs exakt, zeigt aber, daß im Endzustand hier mehr als die Hälfte der gesamten Rieselflüssigkeit an der Wand herunterglitt.

Rieselversuche in den Säulen von 16 cm Durchmesser.

Vorrichtung und Verfahren.

Die Rieselversuche wurden an den Säulen von 16 cm Durchmesser durchgeführt, welche in den Destillationsversuchen beschrieben sind. Die Vorrichtung unterschied sich von den Rieselversuchen an den Säulen von 8 cm Durch-

messer lediglich dadurch, daß entsprechend der größeren Säulenweite ein neuer Verteiler und ein größerer Auffangeflansch benutzt wurde. Der Verteiler bestand aus einem Weißblechzylinder von 17 cm Durchmesser und 30 cm Höhe, in den als Boden ein 19mal durchbohrtes Eisenblech eingelötet worden war. Die Verteilung der Löcher (Durchmesser 0,9 cm) geschah genau nach dem Plan, welcher für die flächengleiche Berieselung beim Kondensatorbau der 16-cm-Säulen entwickelt worden war. Die Löcher wurden mit kleinen durchbohrten Gummistopfen verschlossen, in deren Bohrungen 5 cm lange Messingrohre von den lichten Weiten 1 oder 1,5 mm — je nach gewünschtem Durchsatz — gesteckt wurden. In den Zylinder, der genau zentrisch und lotrecht auf die Säule gestellt war, wurde die Rieselflüssigkeit genau wie bei den Versuchen an den Säulen von 8 cm Durchmesser durch Glasdüsen eingeführt. Die für bestimmte Durchsätze erforderliche Länge und Weite der Glas- und Messingdüsen wurde durch Vorversuche ermittelt. Im Zylinder stellte sich eine Flüssigkeitshöhe ein, welche bestimmt war durch das Durchsatzverhältnis von den Zuflußglasdüsen zu den Abflußmessingdüsen. Die durchschnittlichen Durchsatzmengen Rieselflüssigkeit in cm^3/min betrugen 300, 500, 800, 1500 und entsprachen ungefähr den Rückläufen der zur Destillation verwendeten 16-cm-Säulen in dem ganzen Belastungsbereich. Bei dem Bau des Auffangeflansches wurde nach den Erfahrungen der Rieselversuche an den 8-cm-Säulen auf eine radiale Unterteilung der Ringzonen verzichtet. Er bestand aus einem runden Eisenblech von dem Durchmesser 24 cm, auf welches konzentrisch vier Messingringe von der Höhe 4,5 cm und den Durchmessern 2,8; 6,8; 10,8 und 14,8 cm gelötet worden waren. Jede Ringzone war an der Grundfläche mit einem Abflußrohr von der lichten Weite 0,75 cm und der Länge 4 cm versehen. Das äußere Abflußrohr mußte wegen des engen Raumes flachgedrückt werden und hatte in der Längsrichtung eine lichte Weite von 2,1 cm, in der Querrichtung eine solche von 0,2 cm. Ein rundes Drahtnetz von dem Durchmesser der Säule wurde auf die Messingringe gelegt und verhinderte, daß die Füllkörper in die Ringzonen fielen.

Versuchsergebnisse.

Da nach den Erfahrungen an den 8-cm-Säulen erwartet werden durfte, daß sich in dem ersten Drittel der Füllkörperschicht bestimmt kein Endzustand einstellen würde, wurden lediglich die zu zwei Dritteln und ganz gefüllten Säulen untersucht. Aus je 8 Einzelversuchen ergaben sich folgende Durchschnittswerte der Geschwindigkeiten bezogen auf die ganz gefüllte Säule gleich 100.

Tafel 18.

Durchschnittswerte der Geschwindigkeit in den Ringzonen bei verschiedenen Füllhöhen.

Füllhöhe	Ringzone 1—3	Ringzone 4	Ringzone 5
zwei Drittel . .	90	130	93
drei Drittel . .	100	100	100

Es läßt sich aus diesen Ergebnissen nicht ableiten, daß sich der oben erörterte Endzustand in der Flüssigkeitsverteilung bei einer ganz gefüllten 1,4 m hohen Füllkörpersäule von 16 cm Durchmesser eingestellt hat. Die Differenzen der Geschwindigkeiten zwischen zwei Dritteln und ganzer Füllhöhe sind meines Erachtens noch zu groß.

Der Einfluß der Wandform ist in der Abbildung 8/6–7 dargestellt. Die Geschwindigkeit in der Wandzone ist bei der Säule 16/glatt geringer als bei der Säule 8/glatt. Auch dieses zeigt, daß der Endzustand der Flüssigkeitsverteilung in der Säule 16/glatt noch nicht erreicht ist. Würde man hinreichend lange Säulenstücke miteinander vergleichen, so müßten die Diagramme der glatten 8-cm- und 16-cm-Säulen zusammenfallen, denn die Geschwindigkeiten müßten dann sowohl an der Wand wie in der Mitte der beiden Säulen gleich werden*. Auch die Säule 16/Rippen-15 gibt in der Abbildung 8/7 das Bild einer Flüssigkeitsverteilung vor dem Endzustand, denn der Mittelfluß ist noch nicht ausgeglichen.

Übertragen auf die Destillationsversuche vermitteln die Rieselversuche an den 16-cm-Säulen die Erkenntnis, daß die glatte Säule von 16 cm Durchmesser bei der untersuchten Höhe eine verhältnismäßig zu gute Wirkung im Destillationsbetrieb zeigen muß, weil noch sehr viel von der Flüssigkeit, welche in einem längeren Säulenstück an der Wand herabfließen würde, in dem untersuchten Säulenstück innerhalb der Füllkörperschicht herunterfließt. Das hat eine bessere Anreicherung in der destillierenden Säule zur Folge. Würde man größere Säulenstücke anwenden, so würde in der glatten Säule mehr Flüssigkeit an die Wand gelangen, die Wirkung also nicht proportional zur Höhensteigerung wachsen. Da die Rippen nicht voll wirken können, weil weniger Wandfluß zur Verfügung steht, erscheint demnach die Rippensäule bei der Destillation im Vergleich zur glatten nicht günstig genug. Wenn durch größere Säulenstücke ein Ausgleich des Mittelflusses erfolgt ist, dürfte die Rippensäule je Längeneinheit besser wirken. Dann würde auch die Überlegenheit der Rippensäule gegenüber der glatten Säule noch deutlicher werden als in den mitgeteilten Destillationsversuchen. Versuche in dieser Richtung werden nach Abschluß dieser Arbeit durchgeführt.

Der Einfluß des Durchsatzes auf die Flüssigkeitsverteilung ist in der folgenden Tafel dargestellt. Auch hier erkennt man an Durchschnittswerten aus je 4 Versuchen eine Abnahme der Geschwindigkeit in der äußeren Ringzone bei zunehmendem Durchsatz.

Tafel 19.

Durchnittliche Geschwindigkeit in den Ringzonen bei verschiedenen Durchsätzen.

Durchsatz	Ringzone 1—3	Ringzone 4	Ringzone 5
ca. 400 cm^3/min	100	53	200
ca. 1150 cm^3/min	100	49	165

Der Unterschied ist hier nicht so groß, weil, wie schon mehrfach erwähnt, der Endzustand in der Flüssigkeitsverteilung sich noch nicht eingestellt hat.

Die Ergebnisse meiner Rieselversuche lassen sich vergleichen mit zwei Regeln, die *Weimann* [8] auf Grund ähnlicher Rieselversuche angibt.

Regel 2. Durch eine Veränderung der Rieselmenge wird die Fließdichte an allen Stellen des Säulenquerschnitts in etwa dem gleichen Verhältnis verändert.

Regel 4. Von einer bestimmten Rieselhöhe an bleibt die Flüssigkeitsverteilung in der Säule praktisch gleich.

* Soweit nicht die Unterschiede in der Krümmung der Wand geringe Differenzen in der Lagerung der Ringe an ihr ergeben.

Die *Weimann*sche Regel Nr. 2 steht nicht im Einklang mit meinen Versuchsergebnissen. Ich habe vielmehr, wie oben ausgeführt, in allen Versuchen gefunden, daß mit zunehmender Veränderung der Belastung, das heißt der Rieselmenge *Weimanns*, die Geschwindigkeit des Flüssigkeitsstromes, das heißt die Fließdichte *Weimanns*, in der Wandzone relativ abnimmt. Mit meiner Feststellung stimmt die Erfahrung bei der Destillation überein, daß mit zunehmender Belastung der Säule im allgemeinen die Säulenwirkung besser wird. Auch theoretisch muß man das relative Abnehmen des Wandflusses voraussehen, denn mit zunehmender Schichtdicke der Flüssigkeit an der Wand muß die abschälende Wirkung der Füllkörper steigen. Dabei ist allerdings zu beachten, daß meine Rieselversuche alle mit Porzellanringen einer Größe angestellt wurden. Ich halte es nicht für unmöglich, daß man bei Füllkörpern aus dünnem Blech, bei denen die Blechstärke im Vergleich zu der Schichtdicke der Flüssigkeitssträhnen an der Wand gering ist, auch bei geringen Belastungen schon eine bessere abschälende Wirkung erreicht und daß sich dann die relativen Unterschiede im Wandfluß zwischen hohen und niedrigen Belastungen verringern. Die Regel 4 von *Weimann* deckt sich mit meinen Versuchsergebnissen vollkommen.

Eine weitere Beobachtung von *Weimann* mag hier erwähnt werden. Er fand, daß das Abfließen der Rieselflüssigkeit nach dem Säulenmantel durch emporgesaugten Luftstrom von der ungefähren Geschwindigkeit 0,5 m/sec nicht wesentlich beeinflußt wird. Da von allen Versuchsbedingungen in der destillierenden Säule der emporsteigende Dampf wohl den größten Einfluß auf die Flüssigkeitsverteilung in der Füllkörperschicht hat, durfte darum auf eine Nachahmung dieser Bedingungen in den Rieselversuchen vorliegender Arbeit verzichtet werden.

Einfluß der Weite.

Die gemeinsame Betrachtung der Destillations- und der Rieselversuche erlaubt schließlich den Einfluß der Säulenweite auf die Wirkung zu beurteilen. Die Destillationsergebnisse an den Säulen von 4, 8 und 16 cm Durchmesser mit Porzellanringen ergeben im normalen Belastungsbereich folgendes Bild der gleichwertigen Bodenzahlen:

Tafel 20.

Säule	∅ 4 cm	∅ 8 cm	∅ 16 cm
glatt	9,7	7,8	8,9
Wellen . . .	10,5	8,8	—
Rippen-15 . .	—	11,0	9,9

Der Vergleich der glatten Säulen zeigt eine ungefähr 20%ige Abnahme der Wirkung bei dem Übergang von 4 auf 8 cm Durchmesser. Die Säule von 16 cm Duchmesser wirkt dagegen wieder etwas besser. Diese Säule kann man allerdings nur bedingt mit den beiden anderen vergleichen, da in ihr die Verteilung der Flüssigkeit auf Säulenmitte und Wand den Endzustand noch nicht erreicht hatte. Weil die Mitte noch verhältnismäßig besser berieselt war als es im Endzustand zu erwarten ist, erscheint die Wirkung der Säule wohl verhältnismäßig zu gut. Im ganzen darf man sagen, daß eine Abnahme der Wirkung mit zunehmendem Durchmesser bei den glatten Säulen unverkennbar ist. Allerdings hält sich diese Abnahme in kleineren Grenzen als nach den bisherigen bekannten Messungen. So fand *Weimann*, wie eingangs angegeben (vgl. Tafel 2) bei einem Übergang der Weite von 0,11 auf 0,3 m eine Abnahme der Wirkung um 29%, und die amerikanischen Autoren fanden bei einem Übergang von 0,019 auf 0,053 m Weite für kurze Säulen eine Abnahme der Wirkung von durchschnittlich 58%, für längere Säulen eine solche von durchschnittlich 34%.

Für die verhältnismäßig geringe Größe des Wirkungsverlustes mit steigender Weite in meinen Versuchen dürfte die sorgfältige Verteilung des Kondensats im Säulenkopf wesentlich mitgewirkt haben. Es erscheint mir unbedingt notwendig, daß man beim Bau von großen technischen Säulen diesen Punkt berücksichtigt, indem man das Kondensat mathematisch genau flächengleich verteilt.

Die Wellensäulen verhalten sich, allerdings im abgeschwächten Maß, mit zunehmender Weite grundsätzlich wie die glatten Säulen. Auch bei der Rippensäule ist eine leichte Abnahme (ca. 10%) bei der Steigerung der Weite festzustellen. Jedoch betrachte ich diese Abnahme nicht als zwangsläufig. Der

Rieselversuch für die Säule von 16 cm Durchmesser zeigt, daß bei der untersuchten Anordnung die Verteilung der Flüssigkeit auf Wand und Säulenmitte zwar besser als bei der glatten Säule, aber noch nicht so gleichmäßig ist, wie es bei der Säule von 8 cm Durchmesser durch Änderung des Rippenabstandes auf Grund der Versuchserfahrungen der Fall war.

Durch systematische Änderungen der Rippenabstände muß sich erreichen lassen, daß die Verteilung der Flüssigkeit ebenso gleichmäßig wird wie in den engeren Säulen. Dabei müßte man ein mindestens doppelt so langes Säulenstück verwenden, um den Endzustand zu erreichen. Versuche in dieser Richtung sind im Gange. Sie werden ausgedehnt werden auf Säulen von noch größeren Durchmessern und Höhen und mit verschiedenen Füllkörpern. Als Endergebnis werden sich voraussichtlich feste Beziehungen ergeben zwischen dem günstigsten Abstand der Rippen, der Säulenweite und der Art der Füllkörper. Es ist zu erwarten, daß dann auch die Leistungen der weiten Säulen denen der engen sehr nahe kommen und daß damit eine feste Grundlage für die breitere Anwendung der Füllkörpersäulen geschaffen wird. Ferner ist zu erwarten, daß man die gesammelten Erfahrungen unmittelbar auf Waschsäulen übertragen kann, wie man sie zum Beispiel beim Gewinnen des Benzols aus dem Leuchtgas benutzt.

Zusammenfassung.

In der vorliegenden Arbeit wurde versucht, die Leistung von Füllkörpersäulen durch neue Wandformen zu steigern. In den bisher üblichen Füllkörpersäulen mit glatten Wänden fließt ein großer Teil der für die Fraktionierung notwendigen herabrieselnden Flüssigkeit statt durch die Füllkörper an der Wand entlang, in den von mir untersuchten Fällen durchschnittlich zu 68%, in ungünstigen Fällen sogar bis zu 85%. Darunter leidet die Fraktionierung.

Ich verwandte anstatt der glatten Wände zunächst wellenartige und stellte dabei durch Rieselversuche einen geringeren Wandfluß und durch Destillationsversuche eine etwas bessere Wirkung fest. Dann untersuchte ich den Einfluß ringförmiger nach innen gerichteter schmaler Rippen an den Wänden, änderte auf Grund von Versuchsergebnissen den Abstand dieser Rippen und erreichte bei Säulen von 8 cm Durchmesser eine fast gleichmäßige Verteilung des Rückflusses auf den Querschnitt. Dadurch wurde die trennende Wirkung der Säulen durchschnittlich um 40% gesteigert.

Mit zunehmender Weite einer Säule geht, wie man weiß, die Wirkung einer Säule je Höheneinheit zurück. Auch diese Erscheinung wird meines Erachtens durch die ungleichmäßige Verteilung des Rücklaufs, die sich in weiten Säulen mehr auswirkt, verursacht. Ich habe deshalb auch Versuche mit der neuen Wandform an Säulen von dem größten Durchmesser, welche mit den zur Verfügung stehenden Mitteln noch betrieben werden konnten, durchgeführt. Auch hier zeigte sich eine Leisterungssteigerung gegenüber der glatten Säule. Die Steigerung war allerdings kleiner als bei den engeren Säulen. Es ist aber aus Gründen, die in der Arbeit näher auseinandergesetzt sind, zu erwarten, daß sich der vorhandene Effekt hier noch steigern läßt.

Abbildung 9.
Tuboflex Stahlschlauch Type ES.

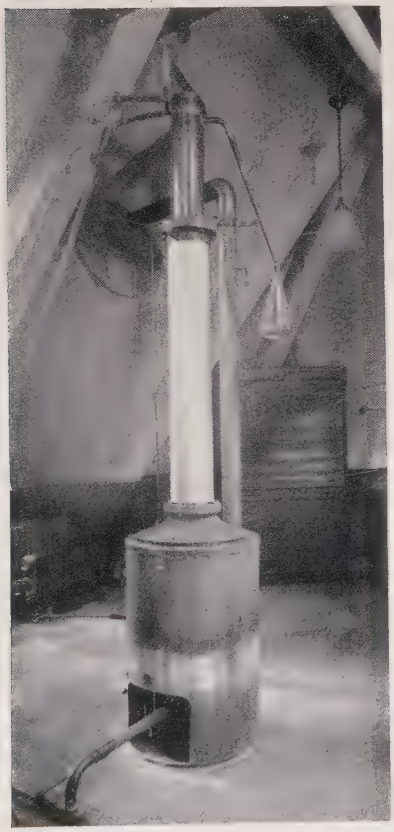

Abbildung 10.
Destilliervorrichtung der Säulen von 16 cm Durchmesser.

SCHRIFTTUM.

1. *E. Sorel:* La Rectification de l'Alcohol, Paris 1893.
2. *K. Thormann:* Destillieren und Rektifizieren, Leipzig 1928.
3. *F. Raschig:* Ztschr. f. angew. Chem. *28*, 409 (1915).
4. *W. Peters:* Ind. Eng. Chem. *14*, 476 (1922) und *15*, 402 (1923).
5. *I. Fenske, G. Tongberg* und *D. Quiggle:* Ind. Eng. Chem. *24*, 408 (1932) und *26*, 1169 (1934).
6. *C. v. Rechenberg:* Einfache und fraktionierte Destillation in Theorie und Praxis, Leipzig 1923.
7. *E. Jantzen:* Das fraktionierte Destillieren und das fraktionierte Verteilen als Methoden zur Trennung von Stoffgemischen, Dechema Monographie Nr. 48, Bd. 5 (1932).
8. *M. Weimann:* Untersuchungen über die Rektifikation in Füllkörpersäulen, Beih. Ztschr. V. d. Ch.: „Angew. Chem." und „Chem. Fabr.", Verlag Chemie, Berlin 1933.
9. *E. Kirschbaum:* Neue Fragen und Erkenntnisse aus der Rektifikationstechnik, Dechema Monographie Nr. 47, Bd. 4 (1931).
10. *S. Young:* Landolt/Börnstein-Tabellen, V. Aufl., Bd. 2, S. 1480.
11. *F. Henning:* Landolt/Börnstein-Tabellen, V. Aufl., Bd. 2, S. 1478.
12. *D. Mendelejeff:* Landolt/Börnstein-Tabellen, V. Aufl., Bd. 1, S. 449.
13. *B. Fischer:* Der Einfluß des Druckes auf die Wirkung von Destilliersäulen, Dissertation, Hamburg 1936.
14. *E. Hausbrand:* Die Wirkungsweise der Rektifizier- und Destillierapparate, Berlin 1921.
15. *W. Lewis:* Ind. Eng. Chem. *14*, 492 (1922).
16. *M. Cabe* und *E. Thiele:* Ind. Eng. Chem. *17*, 605 (1925).
17. *S. Young* und *E. Fortey:* Journ. Chem. Soc. *81*, 719 (1902).
18. *W. Noyes* und *R. Warfel:* Journ. Amer. Chem. Soc. *23*, 463 (1901).
19. *A. Eucken:* Lehrbuch der Chemischen Physik, Leipzig 1930.
20. *E. Leslie* und *I. Geniesse:* Ind. Eng. Chem. *18*, 590 (1926).
21. *J. Marshall* und *B. Sutherland:* Ind. Eng. Chem. *19*, 735 (1927).
22. *I. Hill* und *S. Ferris:* Ind. Eng. Chem. *19*, 379 (1927).
23. *T. Gadwa:* Thesis Pennsylvania State College 1931.
24. *G. Calingaert* und *F. Huggins:* Ind. Eng. Chem. *16*, 584 (1924).

LEBENSLAUF.

Ich, *Otto Hermann Stürmann*, bin am 6. März 1907 als Sohn des Uhrmachers *Christian Stürmann* und seiner Ehefrau Henni, geb. *Elfers*, in Bremen geboren. Nach bestandener Reifeprüfung an der Oberrealschule auf der Uhlenhorst zu Hamburg am 16. September 1926 studierte ich Chemie und Physik vom Wintersemester 1926/27 bis zum Wintersemester 1928/29 an der Universität in Jena und vom Sommersemester 1929 bis zum Sommersemester 1931 an der Universität in Hamburg. In Hamburg bestand ich den ersten Teil des chemischen Verbandsexamens am 25. April 1930 und den zweiten Teil am 3. August 1931. Vom 4. August 1931 bis zum 31. März 1935 war ich als Laborant in dem Laboratorium der Rhenania-Ossag, Mineralölwerke A.-G., Werk Grasbrook, tätig. Vom Sommersemester 1935 bis zum Sommersemester 1936 studierte ich chemische Technologie und Geologie und war mit der Anfertigung vorliegender Arbeit in der Abteilung für technische Chemie des Chemischen Staatsinstituts an der Hansischen Universität beschäftigt.

Meine akademischen Lehrer waren: in Jena: *Bennewitz*, *Brintzinger*, *Schneider*, *Sieverts*, *Wien*. In Hamburg 1929—1931: *Estermann*, *Goos*, *P. Koch*, *Rabe*, *Remy*, *Schlubach*, *Schmalfuß*, *O. Stern*. 1935—1936: *Brinkmann*, *Ernst*, *Jantzen*, *E. Koch*, *Wysogorski*.